

(19) 【発行国】 日本国特許庁 (JP)

(12) 【公報種別】 公開特許公報 (A)

(11) 【公開番号】 特開 2002-61038 (P2002-61038A)

(43) 【公開日】 平成 14 年 2 月 28 日 (2002. 2. 28)

(54) 【発明の名称】 ポリトリメチレンテレフタレート繊維

(51) 【国際特許分類第 7 版】 D02G 1/02
D01F 6/62 301

306

D02J 1/22

【FI】 D02G 1/02 Z D01F 6/
62 301 K 301 Q

306 P

D02J 1/22

R

【審査請求】 未請求

【請求項の数】 9

【出願形態】 OL

【全頁数】 17

(21) 【出願番号】 特願 2000-243075 (P2000-243075)

(22) 【出願日】 平成 12 年 8 月 10 日 (2000. 8. 10)

(71) 【出願人】

【識別番号】 000000033

【氏名又は名称】 旭化成株式会社

【住所又は居所】 大阪府大阪市北区堂島浜 1 丁目 2 番 6 号

(72) 【発明者】

【氏名】 藤本 克宏

【住所又は居所】 宮崎県延岡市旭町 6 丁目 4 100 番地
旭化成工業株式会社内

(19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document] Japan Unexamined Patent Publication (A)

(11) [Publication Number of Unexamined Application] Japan Unexamined Patent Publication 2002 - 6 103 8(P2002 - 6 103 8A)

(43) [Publication Date of Unexamined Application] Heisei 14 year February 28 day (2002.2.28)

(54) [Title of Invention] POLY TRIMETHYLENE TEREPHTHALATE FIBER

(51) [International Patent Classification 7th Edition] D02G 1/02
D01F 6/62 301
306 D02J 1/22[FI] D02G 1/02 Z D01F 6/62 301 K
301 Q 306 P D02J 1/22 R

[Request for Examination] Examination not requested

[Number of Claims] 9

[Form of Application] OL

[Number of Pages in Document] 17

(21) [Application Number] Japan Patent Application 2000 - 24 3075(P2000 - 243075)

(22) [Application Date] 2000 August 10 day (2000.8.10)

(71) [Applicant]

[Applicant Code] 000000033

[Name] ASAHI CHEMICAL CO. LTD. (DB 69-067-2662)

[Address] Osaka Prefecture Osaka City Kita-ku Dojimahama 1-Chome 2-6

(72) [Inventor]

[Name] Fujimoto Katsuhiro

[Address] Inside of Miyazaki Prefecture Nobeoka City Asahi-chome 6-Chome 4 100 Asahi Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-

(72) 【発明者】

【氏名】黒田 良美

【住所又は居所】宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地
旭化成工業株式会社内

(74) 【代理人】

【識別番号】100103436

【弁理士】

【氏名又は名称】武井 英夫 (外3名)

【テーマコード(参考)】4L0354L036

【Fターム(参考)】4L035 BB33 DD20 EE02 EE20 FF08
HH10 4L036 MA05 MA26 MA33 PA14 PA49 RA04 UA01 UA
(57) 【要約】

【課題】 巻締まりおよびバルジの発生無く工業的に製造可能で、安定して高速での延伸仮撚加工ができるPTT-POY及び、優れた品質の仮撚加工系を提供する。

【解決手段】 高重合度のPTTポリマーを用い、溶融繊維の急激な冷却を抑制するために特定範囲の紡口表面温度として押出し、極低強力にて巻き取る特殊な紡糸法を用いて製造した、特定の範囲内の極限粘度、配向性、伸度及び収縮性を有したPTT-POY、及び該繊維の仮撚加工系、およびそれらの製造方法。

【効果】 巻締まりやバルジの発生を無く製造でき、高速での延伸仮撚加工性を格段に向上でき、高品質の仮撚加工系を生産性良く得ることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(A)～(D)の要件を満足することを特徴とするポリトリメチレンテレフタレート繊維。

(A) 極限粘度 : 1.0～1.6

(B) 複屈折率 : 0.03～0.07

053-5364)

(72) [Inventor]

[Name] Kuroda Yoshimi

[Address] Inside of Miyazaki Prefecture Nobeoka City Asahi-ch
o 6-Chome 4 100 Asahi Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-
053-5364)

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Applicant Code] 100 103 436

[Patent Attorney]

[Name] TAKEI HIDEO (3 OTHERS)

[Theme Code (Reference)] 4L0354L036

(57) [Abstract]

[Problem] With producible, stabilizing in industrially without occurrence of the tightening or bulge, PTT - POY which can do drawing false-twisting with high speed and, it offers false-twist yarn of quality which is superior.

[Means of Solution] Making use of PTT polymer of high degree of polymerization, it produced in order to control sudden cooling of dissolving fiber making use of special spinning method which is retracted with extrusion and extremely low tension as spinneret surface temperature of certain range, intrinsic viscosity inside specific range, false-twist yarn, and those manufacturing method of PTT - POY, and said fiber which possess orientation, the elongation and contractile.

[Effect(s)] Occurrence of tightening and bulge not to be able to produce, the drawing twist processability with high speed be able to improve markedly, false-twist yarn of the high quality can be acquired productivity well.

[Claim(s)]

[Claim 1] It consists of poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, satisfies requisite of below-mentioned (A) to (D) poly trimethylene terephthalate fiber which densely is made feature.

(A) Intrinsic viscosity : 1.0 to 1.6

(B) Birefringence ratio : 0.03 to 0.07

(C) 破断伸度 : 40 ~ 140 %

(D) 熱応力のピーク値 : 0.01 ~ 0.10 cN/d tex

【請求項2】 160℃での強度と伸度を用いて、下記式より計算されるタフネスが9以上であることを特徴とする請求項1記載のポリトリメチレンテレフタレート繊維。

タフネス = 強度 (cN/d tex) × √伸度 (%)

【請求項3】 下記(E) ~ (F)を満足することを特徴とする請求項1又は2記載のポリトリメチレンテレフタレート繊維。

(E) 密度 : 1.320 ~ 1.340 g/cm³

(F) 沸水収縮率 : 3 ~ 40 %

【請求項4】 繊維軸に対して直行方向の広角X線回折強度が下記式を満足することを特徴とする請求項1 ~ 3のいずれかに記載のポリトリメチレンテレフタレート繊維。

$$I_1 / I_2 \geq 1.0$$

ここで、 $I_1 : 2\theta = 15.5 \sim 16.5^\circ$ の最大回折強度

$I_2 : 2\theta = 18 \sim 19^\circ$ の平均回折強度

【請求項5】 請求項1 ~ 4のいずれかに記載のポリトリメチレンテレフタレート繊維が巻き付けられ、バルジ率が20%以下であることを特徴とするチーズ状パッケージ。

【請求項6】 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成される極限粘度が1.0 ~ 1.6のポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法であって、紡口表面温度を255 ~ 290℃として紡口より押出した溶融マルチフィラメントを冷却して固体マルチフィラメントに変えた後、0.02 ~ 0.20 cN/d texの巻取強力で2000 ~ 4000 m/分の速度で巻き取ることを特徴とするポリトリメチレンテレフタレート繊維の製造方法。

【請求項7】 紡口より押出した溶融マルチフィラメントを冷却して固体マルチフィラメントに変えた後に、50 ~ 170℃で熱処理を行うことを特徴とする請求項6記載のポリトリメチレンテレフタレート繊維の製造方法

(C) Elongation at break : 40 to 140 %

(D) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.10 cN/d tex

[Claim2] With 160 °C toughness which is calculated is 9 or greater from below-mentioned formula making use of intensity and elongation, and the poly trimethylene terephthalate fiber which is stated in Claim 1 which densely is made feature.

Toughness = intensity (cN/d tex) X elongation (%)

[Claim3] Below-mentioned (E) to (F) is satisfied poly trimethylene terephthalate fiber which is stated in the Claim 1 or 2 which densely is made feature.

(E) Density : 1.320 to 1.340 g/cm³

(F) Boiling water shrink ratio : 3 to 40 %

[Claim4] Wide angle x-ray diffraction strength of direct running direction satisfies below-mentioned formula vis-a-vis the fiber axis poly trimethylene terephthalate fiber which is stated in any of Claim 1 to 3 which densely is made feature.

$$I_1 / I_2 \geq 1.0$$

Here, maximum diffraction intensity of $I_1 : 2 = 15.5$ to 16.5°

I_2 : Even diffraction intensity of $2 = 18$ to 19°

[Claim5] It can wind poly trimethylene terephthalate fiber which is stated in any of Claims 1 through 4, the bulge ratio is 20 % or lower and cheese package which densely is made feature.

[Claim6] Intrinsic viscosity where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit with method which poly trimethylene terephthalate of 1.0 to 1.6 melt spinning is done, extrusion is from the spinneret with spinneret surface temperature as 255 to 290 °C cooling dissolving multifilament, after changing into solid multifilament, with winding tension of 0.02 to 0.20 cN/d tex it retracts with the velocity of 2000 to 4000 m/min and manufacturing method of poly trimethylene terephthalate fiber which densely is made feature.

[Claim7] Extrusion it is from spinneret cooling dissolving multifilament, after changing into solid multifilament, heat treatment is done with 50 to 170 °C and the manufacturing method of poly trimethylene terephthalate fiber which is stated

【請求項 8】 90 モル % 以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記 (G) ~ (J) の要件を満足することを特徴とする仮撚加工系。

- (G) 極限粘度 : 1.0 ~ 1.6
 (H) 伸縮伸長率 : 180 ~ 300 %
 (I) 伸縮弾性率 : 80 ~ 100 %
 (J) けん縮数 : 4 ~ 30 個 / cm

【請求項 9】 請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載のポリトリメチレンテレフタレート繊維を用いて、仮撚加工速度 500 ~ 1200 m / 分、加工温度 165 ~ 210 °C にて延伸仮撚加工することを特徴とする仮撚加工系の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高速での延伸仮撚加工に適したポリトリメチレンテレフタレート部分配向繊維及びそのチーズ状パッケージ及び仮撚加工系に関する。更に詳しくは、本発明は工業的に製造可能で、安定した高速での延伸仮撚加工ができるポリトリメチレンテレフタレート部分配向繊維、チーズ状パッケージ及び高速での延伸仮撚加工方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 ポリトリメチレンテレフタレート（以下「PTT」と略す）を用いた繊維は、低弾性率（ソフトな風合い）、優れた弾性回復性、易染性といったポリアミドに類似した性質と、耐光性、熱セット性、寸法安定性、低吸水性といったポリエチレンテレフタレート（以下「PET」と略す）繊維に類似した性能を併せ持つ画期的な繊維である。PTT 繊維の特性を最大限に生かせる繊維形態の一つとして仮撚加工系がある。PTT 繊維の仮撚加工系は、特開平 9-78373 号公報、特開平 11-093026 号公報に開示されているように、PET 繊維等のポリエステル繊維に比較して、弾性回復性、ソフト性に富むので、ストレッチ用原糸として極めて優れたものとなる。

in Claim 6 which densely is made feature.

[Claim 8] It consists of poly trimethylene terephthalate where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, satisfies requisite of below-mentioned (G) to (J) false-twist yarn which densely is made feature.

- (G) Intrinsic viscosity : 1.0 to 1.6
 (H) Extension and retraction elongation : 180 to 300 %
 (I) Extension and retraction modulus : 80 to 100 %
 (J) Crimp number : 4 to 30 / cm

[Claim 9] Manufacturing method of false-twist yarn which drawing false-twisting it does with false-twisting velocity 500 to 1200 m/min and the fabrication temperature 165 to 210 °C making use of poly trimethylene terephthalate fiber which is stated in any of the Claims 1 through 4, densely makes feature.

[Description of the Invention]

[0001]

[Technological Field of Invention] This invention regards poly trimethylene terephthalate portion orientation fiber and its cheese package and the false-twist yarn which are suited for drawing false-twisting with high speed. Furthermore as for details, as for this invention in industrially with the producible, poly trimethylene terephthalate portion orientation fiber which can do drawing false-twisting with the high speed which is stabilized, it regards drawing false-twisting method with cheese package and the high speed.

[0002]

[Prior Art] Fiber which uses poly trimethylene terephthalate (Below "PTT" with you abbreviate.) low elastic modulus (soft texture), is epoch-making fiber which has the performance which resembles to polyethylene terephthalate (Below "PET" with you abbreviate.) fiber such as property and the light resistance, heat set property, dimensional stability and low moisture absorption which resemble to the polyamide such as elastic recovery and ease of dyeing which are superior. characteristic of PTT fiber is utilized to maximum limit, there is a false-twist yarn as one of fiber form. Because false-twist yarn of PTT fiber, as disclosed in Japan Unexamined Patent Publication Hei 9-78373 disclosure and the Japan Unexamined Patent Publication Hei 11-093026 disclosure, by comparison with PET fiber or other polyester fiber, is rich to elastic recovery and the softness, it becomes something which quite is superior as raw fiber for the stretch.

【0003】このようなPTT仮撚加工系の特徴を生かして、PETやポリアミド繊維が用いられているような幅広い分野に用いる場合、生産性を高め、製造コスト低減を図ることが非常に重要となる。しかしながら、上記公報等では、生産性の低い、紡糸-延伸といった2段階の工程により製造する延伸繊維を仮撚加工の原糸として用いているため、繊維製造コストが高くなってしまふ。また、供給原糸が延伸糸であるため生産性の高い高速での延伸仮撚加工を行うことはできない。

【0004】生産性を高め、製造コスト低減を図るためには、PETやポリアミド繊維と同様に、1段階の工程で製造した繊維を用いて、高速での延伸仮撚加工を行うことが望まれる。1段階の工程で製造したPTT繊維を用いて、高速での延伸仮撚加工を行う技術としては、「Chemical Fibers International」47巻、1997年2月発行、72~74頁にPTTの部分配向繊維（以下「POY」と略す）を用いて延伸仮撚加工する技術が示されている。ここでは極限粘度 $[\eta]$ が0.9のPTTポリマーを250~275℃で押出して冷却固化した後、仕上げ剤を付与し、ゴデットロールを用いず、あるいは冷たいゴデットロールを介した後、600~3200m/分で巻き取ったPTT-POY繊維を、450~1100m/分の加工速度で仮撚加工する技術が記載されている。

【0005】また「Chemical Fibers International」50巻、2000年2月発行、53~56頁にはPTTポリマーを245~265℃で押出して冷却固化した後、仕上げ剤を付与し、ゴデットロールを用いず、あるいはゴデットロールを介した後600~3000m/分で巻き取ったPTT-POY繊維を、非接触式ヒーターでは230℃、接触式では160℃の温度にて500~700m/分の加工速度で仮撚加工する技術が記載されている。しかしながら、本発明者らの検討によると、上記文献に記載されている技術で500m/分以上といった高速での延伸仮撚加工を行おうとしても、PET仮撚加工系や、二段階で製造した延伸糸を低速にて仮撚加工したPTT仮撚加工系と比較して、十分なけん縮を付与することができず、けん縮数、伸縮伸長率、伸縮弾性率が低く、ソフトさやストレッチ性に劣った品質の低い仮撚加工系しか得ることができない。また、この加工系を用いてもけん縮数が少ないために表面がざらざらして粗い品位の低い布帛しか得ることができない。

【0006】このように、高速の延伸仮撚加工でけん縮

[0003] Utilizing feature of this kind of PTT false-twist yarn, when it is used for kind of broad field where PET and polyamide fiber are used, it raises productivity, assures production cost reduction densely it becomes very important. But, because drawn fiber which is produced with step of 2-stage which with above-mentioned disclosure etc., productivity is low, such as the yarn-spinning - drawing it uses, as raw fiber of false-twisting fiber production cost becomes high. In addition, because supply raw fiber is drawn fiber, it is not possible to do drawing false-twisting with high speed where productivity is high.

[0004] Productivity is raised, in order to assure production cost reduction, in same way as the PET and polyamide fiber, drawing false-twisting with high speed is done making use of fiber which is produced with step of single step, it is desired densely. As technology which does drawing false-twisting with high speed making use of the PTT fiber which is produced with step of single step, "Chemical Fibers international" Vol. 47, the technology which drawing false-twisting is done is shown in 1997 February issue and 72 to 74 page making use of portion orientation fiber (Below "POY" with you abbreviate.) of PTT. Here intrinsic viscosity $[\eta]$ doing to push out PTT polymer of 0.9 with the 250 to 275 °C, cooling and solidification after doing, finishing agent is granted, godet roll is not used, or is through cool godet roll after, technology which false-twisting is done has been stated PTT - POY fiber which is retracted with 600 to 3200 m/min, with the fabrication speed of 450 to 1100 m/min.

[0005] In addition "Chemical Fibers international" Vol. 50, doing to push out PTT polymer to 2000 February issue and 53 to 56 page with 245 to 265 °C, cooling and solidification after doing, it grants the finishing agent, does not use godet roll, or is through godet roll with noncontact type heater with 230 °C and contact type with temperature of 160 °C technology which false-twisting is done has been stated PTT - POY fiber which is retracted with rear 600 to 3000 m/min, with fabrication speed of 500 to 700 m/min. But, With examination of these inventors, Trying to do drawing false-twisting with high speed such as 500 m/min or higher with technology which is stated in above-mentioned literature, drawn fiber which it produces with PET false-twist yarn and two steps by comparison with PTT false-twist yarn which false-twisting it does with low speed, it grants sufficient crimp densely it not to be possible, only false-twist yarn where quality where crimp number, the extension and retraction elongation and extension and retraction modulus are low, are inferior to softness and the stretchable is low it can acquire. In addition, surface plate plate doing because crimp number is little making use of this processed yarn only cloth where rough quality is low it can acquire.

[0006] This way, as cause which cannot do false-twist yarn which

特性に優れた仮撚加工系ができない原因としては次のように考えられる。PTT分子はコイル状の形状をとっているため、隣接する分子との結合力が弱く、分子が活発に動く温度では部分溶融が起きる。このためPET繊維やポリアミド繊維とは異なり、PTT繊維は仮撚加工時のような160℃を越える温度では強度、伸びが低下する。この結果、加工時の張力が高くなる高速での仮撚加工では毛羽や糸切れが発生してしまう。撚数を下げたり、加工温度を下げたりすると毛羽や糸切れは抑制できるが、けん縮数、伸縮伸長率、伸縮弾性率が低く、ソフトさやストレッチ性に劣った品質の低い仮撚加工系しか得られなくなってしまう。

【0007】仮撚加工性を高める技術としては、大韓民国公開特許第98049300号公報に、極限粘度0.75～1.1のPTTポリマーを用いて、2500～5500m/分の紡糸速度で紡糸するPTT-POYの製造方法及び、該POYを用いて加工温度150～160℃、加工速度400m/分にて仮撚加工する技術が開示されている。該公報では仮撚加工性を向上するために、1.0といった極限粘度 $[\eta]$ の高いポリマーを用い、可能な限り紡速を高めて、PTT-POYの強度及び耐熱性を向上させている。また、特開昭57-193534号公報には、極限粘度 $[\eta]$ 0.97のポリマーを用い、2500～3000m/分の紡糸速度で紡糸するPTT-POYが開示されている。

【0008】しかしながら、本発明者らの検討によると、上記特許文献に記載されているような極限粘度の高いポリマーを用いても、高温時強度を十分に高めることはできず、高速の延伸仮撚加工にて品質の優れた仮撚糸を得ることはできない。また、極限粘度の高いポリマーを用いた場合には、熔融粘度が高くなるため押出圧が高くなって均一な押出が困難となったり、紡糸張力が高くなって糸切れが発生しやすくなる。更に、極限粘度の高いポリマーを用いると、得られる繊維の沸水収縮率や熱応力のピーク値が高くなるために、糸管上で糸が大きく収縮して糸管を締め付ける。このため通常工業生産している糸量を巻取ると糸管が変形し、糸管に糸が巻き付けられているチーズ状パッケージを巻取機のスピンデルより取り外すことが困難となる。上記のように繊維が収縮する理由としては次の2つが考えられる。

high speed is superior in crimp characteristic following way it is thought. PTT molecule because shape of coil is taken, bonding force of molecule which is adjacent is weak, with temperature where molecule moves actively portion melting occurs. Because of this as for PTT fiber with temperature which exceeds the 160 °C like time of false-twisting strength and elongation decrease unlike PET fiber and polyamide fiber. As a result, with false-twisting with high speed where tension when processing becomes high feather and yarn break occur. number of twists to lower, when fabrication temperature is lowered, you can control the feather and yarn break, but, to be low, only false-twist yarn where quality which is inferior to softness and stretchable is low not be able to acquire crimp number, extension and retraction elongation and extension and retraction modulus, it becomes.

[0007] As technology which raises twist processability, in Republic of Korea Unexamined Patent Publication 98049300 disclosure, technology which the false-twisting is done is disclosed with processing temperature 150 to 160 °C and fabrication speed 400 m/min is done making use of manufacturing method and said POY of PTT - POY which with spinning rate of the 2500 to 5500 m/min making use of PTT polymer of intrinsic viscosity 0.75 to 1.1, yarn-spinning. Raising possible limit spinning rate with said disclosure making use of polymer where the intrinsic viscosity $[\eta]$ which twist processability in order to improve, 1.0 called is high, the intensity and heat resistance of PTT - POY it has improved. In addition, in Japan Unexamined Patent Publication Showa 57 - 193534 disclosure, PTT - POY which yarn-spinning is done is disclosed with spinning rate of 2500 to 3000 m/min making use of polymer of the intrinsic viscosity $[\eta]$ 0.97.

[0008] But,, making use of polymer where kind of intrinsic viscosity which is stated in above-mentioned patent literature is high with examination of these inventors, it is not possible, at time of high temperature to raise strength in the fully, it cannot obtain false twist yarn where quality is superior in the drawing false-twisting of high speed. In addition, when polymer where intrinsic viscosity is high is used, because the melt viscosity becomes high, extrusion pressure becoming high, uniform extrusion becomes difficult, yarn-spinning tension becomes high and yarn break becomes easy to occur. Furthermore, when polymer where intrinsic viscosity is high is used, because boiling water shrink ratio of fiber which is acquired and peak value of the thermal stress become high, yarn contracting largely on yarn bobbin, the yarn bobbin is tightened. Because of this when amount of yarn which usually industrial manufacturing has been done is retracted yarn bobbin becomes deformed, cheese package where yarn is wound around yarn bobbin is removed spindle of winder compared to, densely becomes difficult. As description above you can think following two as reason which fiber contracts.

【0009】1) PETと異なり、PTTはジグザグ状の分子構造を有しているのでガラス転移点（以下「T_g」と略す）が30～50℃と低く、室温でも分子が運動して収縮してしまう。

2) PETと異なり、PTTは弾性回復率が高いために巻き取る際の応力が緩和されずに残り、巻き取った後に収縮する。分子量が高くなると、特に応力が緩和されにくく強い力で収縮する。

このような状況では、たとえ強度の大きい糸管を使って糸管の変形を抑えたとしても、バルジと呼ばれるパッケージ側面が膨れる現象が見られたり、チーズの内層で糸が強く締まったりする。このため糸を解舒する時の張力が高くなると共に、張力変動も大きくなり、仮燃加工時に毛羽、糸切れが多発したり、けん縮むらや染色むらが発生したりする。

【0010】また、極限粘度の高いポリマーを用いた場合、得られる加工糸の強度や伸長回復率が低くなってしまふ。この原因としては次のように考えられる。すなわち、極限粘度の高いポリマーでは溶融によって分子のからみあいを十分にときほぐすことができない。このため延伸によって分子を十分に配向させることができなくなり、強度や伸長回復率が低くなってしまふ。このような繊維では仮燃加工での糸切れや毛羽の多発してしまふ。仮に溶融温度を高くしてもからみあいを十分ときほぐすことができないばかりか、熱分解により重合度が低下し、強度や伸長回復率が低下してしまふ。このように巻締まりやバルジが発生せず、毛羽や糸切れなく生産性の高い高速延伸仮燃により工業的に高品質の仮燃加工糸を得ることのできるPTT繊維について開示している先行技術は全くない。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らの検討の結果、1段階の工程にて製造する高速での延伸仮燃加工に適したPTT-POY及びその製造法において従来技術では以下の問題があることが分かった。

(1) 高速での延伸仮燃加工では毛羽や糸切れが多発し、安定して仮燃加工することができない。毛羽や糸切れを抑制するために燃数や加工温度を下げるとけん縮数、伸縮伸長率、伸縮弾性率が低く、ソフトさやストレッチ性に劣った品質の低い仮燃加工糸しか得られなくなつて

[0009] 1) unlike PET, because PTT it has possessed the molecular structure of zigzag shape, glass transition temperature (Below "T_g" with you abbreviate.) 30 to 50 °C is low, molecule motion doing even with room temperature, contracts.

2) unlike PET, PTT remains, contracts case where it retracts because elastic recovery ratio is high stress without being eased after retracting. When molecular weight becomes high, especially stress to be eased contracts by difficult strong power.

With this kind of status, using yarn bobbin where strength is large even if, assuming, that you held down deformation of yarn bobbin, you can see phenomenon where package side face which is called bulge swells, the yarn tightens hard with inner layer of cheese. Because of this when unwinding doing yarn, as tension becomes high, also tension variation becomes large, feather and yarn break occur frequently at time of false-twisting, crimp unevenness and dyeing unevenness occur.

[0010] In addition, when polymer where intrinsic viscosity is high is used, the strength and elongation recovery of processed yarn which is acquired become low. As this cause following way it is thought. With polymer where namely, intrinsic viscosity is high with melting intertwinement of molecule time is undone in fully, it is not possible densely. Because of this with drawing molecule orientation is done in the fully, it becomes impossible densely, strength and elongation recovery become low. With this kind of fiber yarn break and feather with false-twisting it occurs frequently. Making melt temperature high temporarily, at time of fully it undoes the intertwinement, not only without being possible densely, degree of polymerization decreases, with thermal decomposition, strength and elongation recovery decrease. This way tightening and bulge do not occur, completely there is no prior art which has been disclosed concerning PTT fiber which can obtain the false-twist yarn of high quality in industrially with high speed drawing false twist where productivity is high without feather and yarn break.

[0011]

[Problems to be Solved by the Invention] With Prior Art there is a problem below, result of examination of these inventors, in PTT-POY and its production method which are suited for drawing false-twisting with the high speed which is produced with step of single step understood densely.

(1) With drawing false-twisting with high speed feather and yarn break occur frequently, stabilize and false-twisting do it is not possible densely. When number of twists and fabrication temperature are lowered in order to control feather and yarn break to be low, only false-twist yarn where quality which

しまう。

(2) 高速延伸仮撚加工時の毛羽や糸切れを抑制するために高重合度ポリマーを用いても、十分な効果は得られず、また紡糸時の張力が高まって、糸切れや毛羽が多発したり、巻締まりやバルジの発生により、工業的に製造されているPET並みの糸量のチーズ状パッケージを巻き取ることができない。

【0012】本発明の目的は、工業的に製造可能で、安定して高速での延伸仮撚加工ができるPTT繊維、チーズ状パッケージおよび品質の高い仮撚加工糸を提供することである。本発明の目的を達成するために解決すべき課題は、上記(1)問題に対応して工業的な高速での延伸仮撚加工を可能とするために、高温での強伸度が高く、かつ延伸性の良好なPTT-POYとし、上記(2)問題に対応して工業的な製造を可能とするために糸切れや、巻締まりおよびバルジの発生を抑制することである。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意研究した結果、驚くべきことに、高重合度のPTTポリマーを用い、熔融繊維の急激な冷却を抑制するために特定範囲の紡口表面温度として押出し、極低張力にて巻き取る特殊な紡糸法を用いて製造した、特定の範囲内の極限粘度、配向性、伸度及び収縮性を有した繊維では、高温での強伸度に優れ、高速での延伸仮撚加工性を格段に向上できることを見出し本発明を完成した。即ち本発明は以下のとおりのものである。

1. PTT繊維

(1) 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(A)～(D)の要件を満足することを特徴とするPTT繊維。

(A) 極限粘度 : 1.0～1.6

(B) 複屈折率 : 0.03～0.07

(C) 破断伸度 : 40～140%

inferior to softness and stretchable is low it can acquire crimp number, the extension and retraction elongation and extension and retraction modulus and becomes.

(2) Making use of high degree of polymerization polymer, sufficient effect is not acquired feather at the time of high speed drawing false-twisting and in order to control yarn break, in addition the tension at time of yarn-spinning increases, cheese package of amount of yarn like the PET where yarn break and feather occur frequently, are produced in industrially by occurrence of tightening and bulge, is retracted, it is not possible densely.

[0012] As for objective of this invention, with producible, stabilizing in the industrially, it is to offer false-twist yarn where PTT fiber, cheese package and the quality which can do drawing false-twisting with high speed are high. As for problem to be solved, corresponding to above-mentioned (1) problem, in order to make drawing false-twisting with industrial high speed possible, tenacity with the high temperature is high in order to achieve objective of this invention, at same time it is to control occurrence of yarn break and tightening and the bulge in order it makes satisfactory PTT-POY of stretching property, corresponds to above-mentioned (2) problem and to make industrial production possible.

[0013]

[Means to Solve the Problems] As for these inventors result of diligent research, To surprising fact, PTT polymer of high degree of polymerization to use, It produced in order to control sudden cooling of dissolving fiber making use of special spinning method which is retracted with extrusion and the extremely low tension as spinneret surface temperature of certain range, intrinsic viscosity in specific range, in fiber which possesses orientation, elongation and the contractile, it is superior in tenacity in high temperature, can improve markedly densely to discover drawing twist processability with high speed this invention was completed. Namely this invention is something of as follows.

1. PTT fiber

(I) It consists of poly trimethylene terephthalate where 90 mol % or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, satisfies requisite of below-mentioned (A) to (D) PTT fiber which densely is made feature.

(A) Intrinsic viscosity : 1.0 to 1.6

(B) Birefringence ratio : 0.03 to 0.07

(C) Elongation at break : 40 to 140 %

(D) 熱応力のピーク値 : $0.01 \sim 0.10$ cN/dtex

【0014】(I) (I) において 160°C での強度と伸度を用いて、下記式より計算されるタフネスが9以上であることを特徴とするPTT繊維。

タフネス = 強度 (cN/dtex) \times $\sqrt{\text{伸度 (\%)}}$

(I) (I) または (I) において、下記 (E) ~ (F) を満足することを特徴とするPTT繊維。

(E) 密度 : $1.320 \sim 1.340$ g/cm³

(F) 沸水収縮率 : $3 \sim 40$ %

(IV) (I) ~ (I) において、繊維軸に対して直行方向の広角X線回折強度が下記式を満足することを特徴とするPTT繊維。

$I_1 / I_2 \geq 1.0$

ここで、 $I_1 : 2\theta = 15.5 \sim 16.5^\circ$ の最大回折強度

$I_2 : 2\theta = 18 \sim 19^\circ$ の平均回折強度

【0015】2. チーズ状パッケージ

(I) 本発明のPTT繊維 (I) ~ (IV) のいずれかが巻き付けられ、バルジ率が20%以下であることを特徴とするチーズ状パッケージ。

3. PTT繊維の製造方法

(I) 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成される極限粘度 $1.0 \sim 1.6$ のポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法であって、紡口表面温度を $255 \sim 290^\circ\text{C}$ として紡口より押出した溶融マルチフィラメントを冷却して固体マルチフィラメントに変えた後、 $0.02 \sim 0.20$ cN/dtex の巻取張力で $2000 \sim 4000$ m/分の速度で巻き取ることを特徴とするPTT繊維の製造方法。

(I) (I) において、紡口より押出した溶融マルチフィラメントを冷却して固体マルチフィラメントに変えた後に、 $50 \sim 170^\circ\text{C}$ で熱処理を行うことを特徴とするPTT繊維の製造方法。

【0016】4. 仮撚加工糸

(D) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.10 cN/dtex

[0014] (II) In (I) with 160°C toughness which is calculated is 9 or greater from below-mentioned formula making use of intensity and elongation, and PTT fiber which densely is made feature.

Toughness = intensity (cN/dtex) \times elongation (%)

(III) In (I) or (II), below-mentioned (E) to (F) is satisfied PTT fiber which densely is made feature.

(E) Density : 1.320 to 1.340 g/cm³

(F) Boiling water shrink ratio : 3 to 40 %

(IV) (I) Wide angle x-ray diffraction intensity of direct running direction satisfies below-mentioned formula in to (III), vis-a-vis fiber axis PTT fiber which densely is made feature.

$I_1 / I_2 \geq 1.0$

Here, maximum diffraction intensity of $I_1 : 2\theta = 15.5$ to 16.5°

I_2 : Even diffraction intensity of $2\theta = 18$ to 19°

[0015] 2. cheese package

(I) It can wind any of PTT fiber (I) to (IV) of this invention, bulge ratio is the 20 % or lower and cheese package which densely is made feature.

Manufacturing method of 3. PTT fiber

(I) With method which poly trimethylene terephthalate of intrinsic viscosity 1.0 to 1.6 where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit melt spinning is done, extrusion it is from spinneret with the spinneret surface temperature as 255 to 290°C cooling dissolving multifilament, after changing into solid multifilament, with winding tension of 0.02 to 0.20 cN/dtex it retracts with velocity of 2000 to 4000 m/min and manufacturing method of PTT fiber which densely is made feature.

(II) In (I), extrusion it is from spinneret cooling dissolving multifilament, after changing into solid multifilament, heat treatment is done with 50 to 170°C and manufacturing method of PTT fiber which densely is made feature.

[0016] 4. false-twist yarn

(I) 90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記 (G) ~ (J) の要件を満足することを特徴とする仮撚加工糸。

- (G) 極限粘度 : 1.0 ~ 1.6
 (H) 伸縮伸長率 : 180 ~ 300 %
 (I) 伸縮弾性率 : 80 ~ 100 %
 (J) けん縮数 : 4 ~ 30 個 / cm

5. 仮撚加工糸の製造方法

(I) 上記 (I) ~ (IV) のいずれかに記載の PTT 繊維を用いて、仮撚加工速度 500 ~ 1200 m / 分、加工温度 165 ~ 210 °C にて延伸仮撚加工することを特徴とする仮撚加工糸の製造方法。

【0017】以下、本発明を詳細に説明する。

(1) ポリマー原料等

本発明に用いるポリマーは、90モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレート (PTT) である。ここで PTT とは、テレフタル酸を酸成分としトリメチレングリコール (1, 3-プロパンジオールともいう) をジオール成分としたポリエステルである。該 PTT には、10モル%未満で他の共重合成分を含有してもよい。そのような共重合成分としては、5-ナトリウムスルホイソフタル酸、5-カリウムスルホイソフタル酸、3, 5-ジカルボン酸ベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、3, 5-ジカルボン酸ベンゼンスルホン酸トリブチルメチルホスホニウム塩、1, 4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 6-ヘキサメチレングリコール、1, 4-シクロヘキサジジオール、1, 4-シクロヘキサジメタノール、アジピン酸、ドデカン二酸、1, 4-シクロヘキサジカルボン酸等のエステル形成性モノマーが挙げられる。

【0018】本発明に用いるポリマーには、必要に応じて、各種の添加剤、例えば、艶消剤、熱安定剤、消泡剤、整色剤、難燃剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、赤外線吸収剤、結晶核剤、蛍光増白剤、酸化チタン以外の艶消し剤、などを共重合、または混合してもよい。特に、紡糸時や後加工時の毛羽や糸切れを抑制するために、平均粒径 0.01 ~ 2 μm の酸化チタンを 0.01 ~ 3 重量%含有することが好ましい。本発明に用いるポリマーの極限粘度 [η] は 1.0 ~ 1.6 である必要がある。更に好ましくは 1.1 ~ 1.5、特に好ましくは 1.2 ~ 1.4 である。この範囲のポリマーを用いることではじ

(I) It consists of poly trimethylene terephthalate where 90 mol e% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit, satisfies requisite of below-mentioned (G) to (J) false-twist yarn which densely is made feature.

- (G) Intrinsic viscosity : 1.0 to 1.6
 (H) Extension and retraction elongation : 180 to 300 %
 (I) Extension and retraction modulus : 80 to 100 %
 (J) Crimp number : 4 to 30 / cm

Manufacturing method of 5. false-twist yarn

(I) Manufacturing method of false-twist yarn which drawing false-twisting it does with false-twisting rate 500 to 1200 m/min and the fabrication temperature 165 to 210 °C making use of PTT fiber which is stated in any of the above-mentioned (I) to (IV), densely makes feature.

[0017] Below, this invention is explained in detail.

(1) Such as polymer starting material

Polymer which is used for this invention is poly trimethylene terephthalate (PTT) where 90 mole% or greater is formed from trimethylene terephthalate repeat unit. It is a polyester which PTT, designates terephthalic acid as acid component here and designates trimethylene glycol (Even 1,3 - propanediol you call) as diol component. It is possible to said PTT, to contain other copolymer component under the 10 mole%. As that kind of copolymer component, you can list sodium 5-sulfoisophthalic acid, 5 - potassium sulfo isophthalic acid, 3,5-di carboxylic acid benzenesulfonic acid tetra butyl phosphonium salt, the 3,5-di carboxylic acid benzenesulfonic acid tributyl methyl phosphonium salt, 1,4 - butanediol, neopentyl glycol, 1,6 - hexamethylene glycol, 1,4 - cyclohexanediol, 1,4 - cyclohexane dimethanol, the adipic acid, dodecanedioic acid and 1,4 - cyclohexane dicarboxylic acid or other esterified monomer.

[0018] To polymer which is used for this invention, according to need and various additive, or it is possible to copolymerize mix matting agent and the etc other than for example whitener, heat stabilizer, foam inhibitor, bluing agent, the fire retardant, antioxidant, ultraviolet absorber, infrared absorber, crystal nucleating agent, fluorescent whitener and the titanium dioxide. Especially, at time of yarn-spinning and feather at time of the postprocessing and in order to control yarn break, titanium dioxide of average particle diameter 0.01 to 2 μm the 0.01 to 3 wt% is contained densely is desirable. As for intrinsic viscosity [η] of polymer which is used for this

めて高温でのタフネスを高めることができ、本発明の目的とする高速での延伸仮撚加工性に優れたPTT-POYを得ることができる。極限粘度 $[\eta]$ が1.0未満の場合は、高速での延伸仮撚加工要求される高温での強度の発現が困難となる。一方、極限粘度が1.6を越える場合は、熔融粘度が高すぎるために紡糸時にメルトフラクチャーや紡糸不良が生じるので好ましくない。

[0019] なお、本発明におけるポリマーの極限粘度 $[\eta]$ は、オストワルド粘度計を用い、35℃、o-クロロフェノール中での比粘度 η_{sp} と濃度 C (g/100ミリリットル)の比 η_{sp}/C を濃度ゼロに外挿し、以下の式に従って求めた値である。

$$[\eta] = \lim (\eta_{sp}/C)$$

$C \rightarrow 0$

本発明に用いるポリマーの製法として、公知の方法をそのまま用いることができる。

[0020] 例えば、テレフタル酸またはテレフタル酸ジメチルとトリメチレングリコールとを原料とし、チタンテトラブトキンド、酢酸カルシウム、酢酸マグネシウム、酢酸コバルト、酢酸マンガン、二酸化チタンと二酸化ケイ素の混合物といった金属塩の1種あるいは2種以上を加え、常圧下あるいは加圧下でエステル化反応あるいはエステル交換反応させ、次に、チタンテトラブトキンド、三酸化アンチモン、酢酸アンチモンといった触媒を添加し、250～270℃で減圧下重縮合反応させる。また、重合の任意の段階で、好ましくは重縮合反応の前に安定剤を添加することが白度の向上、熔融安定性の向上、PTTオリゴマーやアクロレイン、アリルアルコールといった分子量が300以下の有機物の生成を制御できる観点で好ましい。ポリマーの重合度を高めるためには、上記のような熔融重合を行った後に、窒素下あるいは減圧下で固相重合を行うことが好ましい。固相重合を行う温度は、200～220℃の範囲であることが、重合速度やポリマーの着色、融着を抑制するという観点から好ましい。

[0021] (2) PTT繊維

(1) 本発明のPTT繊維としては、下記(A)～(D)

invention it is necessary to be a 1.0 to 1.6. Furthermore it is a preferably 1.1 to 1.5 and a particularly preferably 1.2 to 1.4. toughness with high temperature is raised for first time by fact that the polymer of this range is used it is possible densely, it can acquire the PTT-POY which is superior in drawing twist processability in high speed which is made the object of this invention. When intrinsic viscosity $[\eta]$ is under 1.0, drawing false-twisting with high speed revelation of intensity with high temperature which is required becomes difficult. On one hand, when intrinsic viscosity exceeds 1.6, because the melt viscosity is too high melt fracture and yarn-spinning defect occur at time of the yarn-spinning it is not desirable.

[0019] Furthermore, it is a value where intrinsic viscosity $[\eta]$ of polymer in this invention, extrapolated specific viscosity η_{sp} in 35℃ and o-chlorophenol and ratio η_{sp}/C of concentration C (g/100 ml) in concentration zero making use of Ostwald viscometer, followed to the formula below and sought.

$$[\eta] = \lim (\eta_{sp}/C)$$

$C \rightarrow 0$

known method can be used that way as production method of polymer which is used for this invention.

[0020] It designates for example terephthalic acid or dimethyl terephthalate and trimethylene glycol as starting material, esterification reaction or ester exchange reaction doing under ambient pressure or under pressurizing including one, two kinds or more of metal salts such as mixture of titanium tetrabutoxide, calcium acetate, magnesium acetate, cobalt acetate, the manganese acetate, titanium dioxide and silicon dioxide, next, it adds catalyst such as the titanium tetrabutoxide, antimony trioxide and antimony acetate, condensation polymerization under vacuum does with the 250 to 270℃. In addition, with step of option of polymerization, the stabilizer is added before preferably condensation polymerization with viewpoint where molecular weight densely such as improvement of whiteness, improvement, PTT oligomer and the acrolein and allyl alcohol of melt stability can control formation of the organic substance of 300 or below is desirable. In order to raise degree of polymerization of polymer, as description above after doing melt polymerization, solid phase polymerization is done under nitrogen or under vacuum, it is desirable densely. temperature which does solid phase polymerization is range of 200 to 220℃, it is desirable from viewpoint that densely, controls coloration and melt adhesion of the polymerization rate and polymer.

[0021] (2) PTT fiber

(1) As PTT fiber of this invention, it is necessary to satisfy requ

）の要件を満足する必要がある。

(A) 極限粘度 : 1.0 ~ 1.5

(B) 複屈折率 : 0.03 ~ 0.07

(C) 破断伸度 : 40 ~ 140 %

(D) 熱応力のピーク値 : 0.01 ~ 0.10
cN/dtex

本発明の第一の課題である、毛羽や糸切れの発生のない安定した高速の延伸仮撚加工を可能にするためには、高温でのタフネスを高めるために繊維の重合度を高め、特定範囲の配向度及び分子のからみあいとする必要がある。また本発明の第二の課題である、繊維の巻締まりを解消するためには、糸管上で糸が大きく収縮しないように、分子が過度に配向して緊張した状態になっていないことが重要である。このためには繊維を特定範囲の配向度、緊張状態とする必要がある。

【0022】重合度の指標としては、極限粘度が適している。配向性の指標としては、繊維の複屈折率が適している。分子のからみあいと配向性の指標としては破断伸度が適している。また、繊維の緊張状態を表す指標としては熱応力のピークが適している。従って、繊維の極限粘度、複屈折率、破断伸度、熱応力のピーク値が前記の範囲を満足することで、はじめて毛羽や糸切れ無く安定した高速での延伸仮撚加工ができ、巻締まりやバルジの発生がなく工業的に製造可能できるPTT-POYとなる。

【0023】(i) 極限粘度 (A)

繊維の極限粘度 $[\eta]$ は 1.0 ~ 1.6 である必要がある。繊維の極限粘度がこの範囲であることではじめて高温でのタフネスを高めることができ、本発明の目的とする高速での延伸仮撚加工性に優れたPTT-POYとなる。極限粘度 $[\eta]$ が 1.0 未満の場合は、高速での延伸仮撚加工要求される高温でのタフネスの発現が困難となる。一方、極限粘度が 1.6 を越える場合は、熔融粘度が高すぎるために紡糸時にメルトフラクチャーや紡糸不良が生じ、不均一な繊維しか得ることができなくなったり、紡糸条件を調整しても分子が緊張状態となった熱応力のピーク値が大きく、巻締まりやすい繊維しか得ることができなかつたりする。繊維の極限粘度は好ましくは 1.1 ~ 1.5、特に好ましくは 1.2 ~ 1.4 である。

isite of the below-mentioned (A) to (D).

(A) Intrinsic viscosity : 1.0 to 1.5

(B) Birefringence ratio : 0.03 to 0.07

(C) Elongation at break : 40 to 140 %

(D) Peak value : of thermal stress 0.01 to 0.10 cN/d tex

It is a problem of first of this invention, in order to make drawing false-twisting of the high speed which is not occurrence of feather and yarn break and stabilizes possible, it is necessary to raise degree of polymerization of fiber in order to raise toughness with high temperature, to make degree of orientation of the certain range and intertwining of molecule. In addition in order it is a second problem of this invention, to cancel tightening of fiber, in order for yarn not to contract largely on the yarn bobbin, molecule doing orientation excessively, it has not become the state which tension is done, it is important densely. For this fiber degree of orientation of certain range, it is necessary to make the tensioned state.

[0022] As index of degree of polymerization, intrinsic viscosity is suitable. As index of orientation, birefringence ratio of fiber is suitable. elongation at break is suitable as index of intertwining and orientation of molecule. In addition, peak of thermal stress is suitable as index which displays tensioned state of fiber. Therefore, intrinsic viscosity of fiber, by fact that peak value of the birefringence ratio, elongation at break and thermal stress satisfies aforementioned range, the drawing false-twisting with high speed which is stabilized for first time without the feather and yarn break is possible, is not occurrence of tightening and bulge and becomes PTT - POY which producible it is possible in the industrially.

[0023] (I) Intrinsic viscosity (A)

As for intrinsic viscosity $[\eta]$ of fiber it is necessary to be a 1.0 to 1.6. toughness with high temperature is raised for first time by fact that the intrinsic viscosity of fiber is this range it is possible densely, it becomes PTT - POY which is superior in drawing twist processability in high speed which is made objective of this invention. When intrinsic viscosity $[\eta]$ is under 1.0, drawing false-twisting with high speed revelation of toughness with high temperature which is required becomes difficult. On one hand, when intrinsic viscosity exceeds 1.6, because melt viscosity is too high to occur, only nonuniform fiber it can acquire melt fracture and the yarn-spinning defect at time of yarn-spinning and it becomes, adjusting spinning condition, the peak value of thermal stress where molecule becomes tensioned state to be large, the tightening only easy

【0024】(ii) 複屈折率 (B)

繊維の複屈折率は0.03~0.07である必要がある。繊維の複屈折率が0.07を越えると繊維の配向度が高くなるために伸度が低くなり、高速での延伸仮撚加工ができなくなる。また収縮する力が強くなるために巻締まりが発生してしまう。繊維の複屈折率が0.03未満では、配向性が低いために室温で保存していても沸水収縮率などの物性が経時変化してしまったり、繊維が脆くなってしまうたりし、高速での延伸仮撚加工を工業的に行うことができなくなる。繊維の複屈折率は好ましくは0.035~0.065であり、更に好ましくは0.040~0.060である。

【0025】(iii) 破断伸度 (C)

破断伸度は40~140%であることが必要である。破断伸度が40%未満では伸度が低すぎるために、紡糸時や仮撚加工時に毛羽や糸切れが発生する。破断伸度が140%を越える場合は、室温で保存していても沸水収縮率などの物性が経時変化してしまったり、繊維が脆くなってしまうたりし、高速での延伸仮撚加工を工業的に行うことができなくなる。破断伸度の好ましい範囲は50~120%であり、更に好ましくは60~100%である。

【0026】(iv) 熱応力のピーク値 (D)

繊維の熱応力のピーク値は0.01~0.10 cN/d texである必要がある。繊維の熱応力のピーク値が0.10 cN/d texを越える場合は、繊維が過度に緊張した状態になっており、収縮する力が強く、巻き取った後に大きく収縮して巻締まりが発生してしまう。繊維の熱応力のピーク値が0.01未満では、収縮する力が弱すぎるために、巻き取り中に繊維が巻崩れたり、配向性が低いために室温で保存していても沸水収縮率などの物性が経時変化してしまったり、繊維が脆くなってしまうたりし、高速での延伸仮撚加工を工業的に行うことはできなくなる。繊維の熱応力のピーク値は好ましくは0.015~0.08 cN/d texであり、更に好ましくは0.02~0.06 cN/d texである。

【0027】(I) PTT繊維の物性等

(i) 繊維の高温時物性

fiber it can acquire. intrinsic viscosity of fiber being a preferably 1.1 to 1.5 and a particularly preferably 1.2 to 1.4, it is

[0024] (ii) Birefringence ratio (B)

As for birefringence ratio of fiber it is necessary to be a 0.03 to 0.07. When birefringence ratio of fiber exceeds 0.07, elongation becomes low because degree of orientation of fiber becomes high, drawing false-twisting with high speed becomes impossible. In addition tightening occurs because power which is contracted becomes strong. birefringence ratio of fiber does under 0.03, because orientation is low retaining with room temperature, boiling water shrink ratio or other property change over time, fiber becomes brittle and/or, does drawing false-twisting with high speed in industrially it becomes impossible densely. birefringence ratio of fiber with preferably 0.035 to 0.065, furthermore is preferably 0.040 to 0.060.

[0025] (iii) Elongation at break (C)

Elongation at break is 40 to 140 %, it is necessary densely. elongation at break under 40 % because elongation is too low, at time of the yarn-spinning and feather and yarn break occurs at time of false-twisting. When elongation at break exceeds 140 %, retaining with room temperature, boiling water shrink ratio or other property does change over time, fiber becomes brittle and/or, does drawing false-twisting with the high speed in industrially it becomes impossible densely. Range where elongation at break is desirable with 50 to 120 %, furthermore is the preferably 60 to 100 %.

[0026] (iv) Peak value (D) of thermal stress

As for peak value of thermal stress of fiber it is necessary to be a 0.01 to 0.10 cN/d tex. Case peak value of thermal stress of fiber exceeds 0.10 cN/d tex, fiber excessively has become state which tension is done, after the power which is contracted is strong, retracting contracting largely, the tightening occurs. peak value of thermal stress of fiber under 0.01, power which is contracted weakness in order to pass, fiber volume deteriorates in winding, because orientation is low retaining with room temperature, the boiling water shrink ratio or other property does change over time, fiber becomes brittle and/or, it becomes impossible to do drawing false-twisting with high speed in industrially. peak value of thermal stress of fiber with preferably 0.015 to 0.08 cN/d tex, furthermore is the preferably 0.02 to 0.06 cN/d tex.

[0027] (II) Such as property of PTT fiber

(I) At time of high temperature of fiber property

160℃での強度と伸度を用いて、下記式より計算されるタフネスが9以上であることが好ましい。

$$\text{タフネス} = \text{強度 (cN/dtex)} \times \sqrt{\text{伸度 (\%)}}$$

PTTの仮撚加工時の毛羽や糸切れを抑制するためには、加工温度で繊維が切れにくいことが重要である。この切れにくさは繊維が切れるときのエネルギーを簡易的に示す、一般にタフネスと呼ばれている上記式の強度と伸度の平方根の積で表すのが良い。タフネスが9未満では高温で糸切れしやすくなり、高速での延伸仮撚加工を工業的に行うことはできなくなる。タフネスは10以上が好ましく、11以上が更に好ましい。タフネスの上限は特に制限はなく、高ければ高いほど良い。

【0028】(ii) 密度 (E)

繊維の密度は1.320~1.340 g/cm³であることが好ましい。密度が1.340 g/cm³を越えると巻縮れが発生してしまう。理由は明確ではないが、密度の高い繊維は結晶性が高く、繊維自体や繊維の表面が硬くなる。この結果、糸と糸を接触させたときの面積が小さくなり、糸-糸間の静摩擦係数が下がるからではないかと考えられる。また、仮撚加工の際に毛羽や糸切れが発生しやすくなり、工業的に安定して仮撚加工を行うことができなくなってしまう。一方、密度が1.320 g/cm³未満では分子が固定されておらず、繊維が収縮して巻縮れが発生してしまったり、繊維の物性が経時変化してしまい長期間にわたって同一条件にて同じ品位の仮撚加工糸を得ることができない場合がある。密度は好ましくは1.322~1.336 g/cm³、更に好ましくは1.326~1.334 g/cm³である。

【0029】(iii) 沸水収縮率 (F)

繊維の沸水収縮率は3~40%であることが好ましい。沸水収縮率が40%を越える場合は、分子が緊張した状態になっているために巻縮れが発生したり、室温で保存していても沸水収縮率や熱応力のピーク値などの物性が変化してしまい、長期間にわたって安定して高速での延伸仮撚加工ができなくなったりする。また3%未満では、繊維が脆くなり毛羽、糸切れが多発するために仮撚加工が困難となる場合がある。沸水収縮率は好ましくは4~20%であり、更に好ましくは、5~15%である。

With 160 °C toughness which is calculated is 9 or greater from the low-mentioned formula making use of intensity and elongation, it is desirable densely.

$$\text{Toughness} = \text{intensity (cN/dtex)} \times \text{elongation (\%)}$$

In order to control feather at time of false-twisting of PTT and yarn break, fiber is difficult to be cut off with processing temperature, it is important densely. This difficult to be cut off, intensity of above Formula which when the fiber is cut off, shows energy simply, is called toughness generally and displaying with product of square root of elongation are good. toughness under 9 yarn break becomes easy to do with high temperature, it becomes impossible to do drawing false-twisting with high speed in industrially. toughness 10 or more is desirable, 11 or more furthermore is desirable. If as for upper limit of toughness there is not especially restriction and is high high extent it is good.

[0028] (Ii) Density (E)

Density of fiber is 1.320 to 1.340 g/cm³, it is desirable densely. When density exceeds 1.340 g/cm³, volumen deterioration occurs. Reason is not clear. fiber where density is high crystallinity becomes high, surface of the fiber itself and fiber hard. As a result, when contacting, surface area to become small, because the static coefficient of friction between yarn - yarn goes down, that you can think of yarn and the yarn whether is not. In addition, feather and yarn break become easy to occur case of the false-twisting, stabilize in industrially and do false-twisting it becomes impossible densely. On one hand, density is not locked under 1.320 g/cm³ molecule, the fiber contracts and tightening occurs, there are times which property of fiber does and change over time cannot acquire false-twist yarn of same quality with identical condition over long period. density preferably 1.322 to 1.336 g/cm³, furthermore is preferably 1.326 to 1.334 g/cm³.

[0029] (Iii) Boiling water shrink ratio (F)

Boiling water shrink ratio of fiber is 3 to 40 %, it is desirable densely. When boiling water shrink ratio exceeds 40 %, molecule tightening occurs because it becomes state which tension is done, retaining with the room temperature, peak value or other property of boiling water shrink ratio and thermal stress changes, stabilizing over the long period, drawing false-twisting with high speed becomes impossible. In addition under 3 %, fiber becomes brittle and when the false-twisting becomes difficult because feather and yarn break occur frequently, it is boiling water shrink ratio with preferably 4 to 20 %, furthermore is preferably and 5 to 15 %.

【0030】(iv) 広角X線回折による結晶由来の回折ピークの観察

本発明においては、繊維が結晶化して構造が固定されていること、すなわち広角X線回折にて結晶由来の回折ピークが観察されることが好ましい。以下、広角X線回折について図面を用いて詳述する。X線を繊維に対して垂直方向より照射した際の繊維軸に対して直行方向の回折パターンの代表的な例として、図1-(イ)に結晶に由来する回折ピークが観察される場合のパターンを、図1-(ロ)に結晶に由来する回折ピークが観察されない場合のパターンを示す。ここでX線はCuK α 線を用いている。PTTが三斜晶形に属した結晶形をとることが知られており、(Polym. Prepr. Jpn., Vol. 26, p 427 (1997)) このため繊維が結晶化している場合は、繊維軸に対して直行方向の $2\theta = 15.5^\circ$ 付近に(010)面に由来する回折ピークが観察される。

【0031】本発明においては、図1-(イ)に示したように、繊維軸に対して直交方向の広角X線回折強度が下記の式を満足するかどうかで、回折像が観察されたかどうかの判定を行った。

$$I_1/I_2 \geq 1.0$$

ただし、 $I_1: 2\theta = 15.5 \sim 16.5^\circ$ の最大回折強度

$$I_2: 2\theta = 18 \sim 19^\circ \text{の平均回折強度}$$

一方、図1-(ロ)では非晶に由来するブロードな回折が観察されるだけで、図1-(イ)のような結晶に由来するピークは観察されない。この場合上記式を満足しない。広角X線回折にて結晶に由来する回折ピークが観察されることで、繊維が明らかに結晶化し、構造が固定されていることが分かる。結晶に由来する回折像が観察されない場合は繊維は結晶化していない。従って分子が固定されていないために、繊維が収縮して巻締まりが発生したり、繊維の物性が経時変化してしまい長期間にわたって安定して仮燃加工ができなかったりする。 I_1/I_2 の値は好ましくは1.1以上、更に好ましくは1.2以上である。

【0032】(v) 強度

本発明のPTT繊維の強度は 1.3 cN/dtex 以上であることが好ましい。 1.3 cN/dtex 未満では

[0030] (Iv) With wide angle x-ray diffraction observation of diffraction peak of crystal derivation

Regarding to this invention, fiber doing, crystallization construction is locked, namely diffraction peak of crystal derivation is observed with the wide angle x-ray diffraction densely is desirable. Below, concerning wide angle x-ray diffraction you detail making use of the drawing. Case where X-ray was irradiated from perpendicular direction vis-a-vis the fiber pattern when diffraction peak which in Figure 1 - (J2) derives in crystal as representative example of diffraction pattern of direct running direction vis-a-vis fiber axis, is observed, pattern when diffraction peak which in Figure 1 - (jp2) derives in the crystal is not observed is shown. X-ray has used CuK line here. crystal shape where PTT belongs to triclinic crystal shape is taken, it is known densely, (Polymer Preprints, Japan, Vol. 26, p 427 (1997)) because of this when fiber crystallization it has done, the diffraction peak which in $2\theta = 15.5^\circ$ vicinity of direct running direction derives in (010) plane vis-a-vis fiber axis is observed.

[0031] Regarding to this invention, as shown in Figure 1 - (jp1), whether or not the wide angle x-ray diffraction intensity of orthogonal direction satisfies below-mentioned formula, vis-a-vis the fiber axis it decided whether or not with, diffraction image was observed of.

$$I_1/I_2 \geq 1.0$$

However, maximum diffraction intensity of $I_1: 2\theta = 15.5$ to 16.5°

$$I_2: \text{Even diffraction intensity of } 2\theta = 18 \text{ to } 19^\circ$$

Broad diffraction which on one hand, with Figure 1 - (jp2) derives in amorphous is not observed just is observed, as for peak which derives in the crystal like Figure 1 - (J2). In this case above Formula is not satisfied. By fact that diffraction peak which with wide angle x-ray diffraction derives in crystal is observed, fiber does crystallization clearly, construction is locked, understands densely. When diffraction image which derives in crystal is not observed, fiber has not done crystallization. Therefore because molecule is not locked, fiber contracting, the tightening occurs, property of fiber does and change over time stabilizing over long period, false-twisting is not possible. Value of I_1/I_2 preferably 1.1 or more, furthermore is preferably 1.2 or more.

[0032] (V) Intensity

Strength of PTT fiber of this invention is above 1.3 cN/dtex , it is desirable densely. When under 1.3 cN/dtex because strength

強度が低いために、糸を解舒する際や仮撚加工を行う際に毛羽や糸切れが多発してしまう。好ましくは、 1.5 cN/dtex 以上、更に好ましくは 1.7 cN/dtex 以上である。

【0033】(vi) U%

繊維のU%は0～2%であることが好ましい。U%は、ツェルベガーウスター株式会社製USTER・TESTER3により繊維試料の質量の変動より求めた値である。該装置では電極間に繊維試料を通した際の誘電率の変化により質量の変動を測定することができる。一定速度にて該装置を通すと図2に示すようなむら曲線が得られる。この結果より図2中の式(1)に従ってU%を求めることができる。U%が2%を超える場合は、仮撚加工時に毛羽や糸切れが多発したり、染めムラやけん縮ムラの大きい仮撚加工系しか得られなくなってしまう。U%は1.5%以下であることが好ましく、更に好ましくは1.0%以下である。もちろんU%は低ければ低いほど良い。

【0034】(vii) 繊維の形態

本発明のPTT繊維は、マルチフィラメントが好ましい。総繊度は特に限定はされないが、通常 $5 \sim 400 \text{ dtex}$ 、好ましくは $10 \sim 300 \text{ dtex}$ 、単糸繊度は特に限定はされないが $0.1 \sim 20 \text{ dtex}$ 、好ましくは $0.5 \sim 10 \text{ dtex}$ 、更に好ましくは $1 \sim 5 \text{ dtex}$ である。繊維の断面形状は、丸、三角、その他の多角形、扁平、L型、W型、十字型、井型、ドッグボーン型等、制限はなく、中実繊維であっても中空繊維であってもよい。

【0035】(3) チーズ状パッケージ

本発明の繊維はチーズ状パッケージに巻かれていることが好ましい。近年の仮撚加工工程の近代化・合理化に追随するには、パッケージのラージ化、即ち大量巻きの可能なチーズ状パッケージで巻かれていることが好ましい。またチーズ状パッケージとすることで、仮撚加工時に糸を解舒する際、解舒強力の変動が小さくなり、安定した加工が可能となる。

【0036】(i) バルジ率

本発明の繊維が巻かれたチーズ状パッケージはバルジ率が20%以下であることが好ましい。図3-(イ)は糸が望ましい形状に巻かれたチーズ状パッケージ(100)を示す。糸が糸管等の巻芯(103)上に平らな端面(102)を形成した円筒状糸層(104)に巻かれて

is low, unwinding doing the yarn and feather and yarn break occur frequently occasion wherethe false-twisting is done. Above preferably and 1.5 cN/dtex , furthermore it is above preferably 1.7 cN/dtex .

【0033】(Vi) U%

U% of fiber is 0 to 2%, it is desirable densely. U% is value which was sought from fluctuation of mass of fiber sample with Zellweger Worchester KK make Uster * TESTER3. With said equipment case where it passes through fiber sample between the electrode fluctuation of mass can be measured due to change of the dielectric constant. When it passes through said equipment with constant rate, unevenness kind of curve which is shown in Figure 2 is acquired. Following to Formula (1) in Figure 2 from result, it seeks the U%, it is possible densely. When U% exceeds 2%, it occurs frequently at time of the false-twisting and/or, only false-twist yarn where dyeing unevenness and crimp unevenness are large not be able to acquire feather and yarn break it becomes. U% is 1.5% or lower, it is desirable densely, furthermore it is preferably 1.0% or lower. Of course, U% if it is low, low extent is good.

【0034】(Vii) Shape of fiber

As for PTT fiber of this invention, multifilament is desirable. As for total fineness as for especially limitation it is not done. As for usually as for 5 to 400 dtex, preferably 10 to 300 dtex and single fiber fineness especially limitation it is not done, but 0.1 to 20 dtex and preferably 0.5 to 10 dtex, furthermore it is a preferably 1 to 5 dtex. As for cross section shape of fiber, circle, triangle and other polygonal shape, there is not, restriction such as flat, L type, W type, cross shape, square and dogbone shape with center-filled fiber and is good with hollow fiber.

【0035】(3) Cheese package

Fiber of this invention is wound in cheese package, it is desirable densely. It follows to modernization * streamlining of false-twisting step of recent years, it is wound with possible cheese package of large conversion namely large scale winding of package, it is desirable densely. In addition when by fact that it makes cheese package, unwinding doing the yarn at time of false-twisting, fluctuation of unwinding tension becomes small, processing which is stabilized becomes possible.

【0036】(I) Bulge ratio

Cheese package where fiber of this invention is wound bulge ratio is the 20% or lower, it is desirable densely. Figure 3 - (J2) shows cheese package (100) which is wound in shape where yarn is desirable. It is wound in cylinder thread layer (104) where yarn formed planar endface (102) on the yarn bobbin or

いる。バルジは、図３－（ロ）に示すように巻糸の収縮による締め付け力が強く働き、巻糸が滑った時に起こるチーズ状パッケージ（１００）の膨らみのある端面（１０２a）である。

【００３７】バルジ率とは、図３－（イ）または図３－（ロ）に示す最内層の巻幅Ｑ及び、最も膨らんでいる部分の巻幅Ｒを測定して、下記式を用いて算出した値である。

$$\text{バルジ率} = \{(R - Q) / Q\} \times 100\%$$

チーズ状パッケージのバルジ率が２０％を超えるものは運搬時に巻糸が崩れ解舒できなくなったり、解舒強力の斑による糸切れ、毛羽、染色斑等が起こりやすい。最悪の場合は端面が糸管よりも出っ張るために運搬することができなくなる。また巻締めりが大きく、巻取機のスピンドルからはずれなくなる場合も多い。好ましくはバルジ率は１５％以下であり、更に好ましくは１０％以下である。もちろん０％が最も好ましい。

【００３８】（ii）チーズ状パッケージ形状

工業的に製造する上では紡糸の際に糸管を交換する頻度を減らすことが作業効率の向上、コストダウンの観点より極めて重要である。また、仮撚工程においては、チーズ状パッケージを使用した後、次のチーズ状パッケージにつなぎ込んで使用するが、このつなぎ込みの頻度を減らすことも作業効率の向上、コストダウンの観点から極めて重要である。従って、該チーズ状パッケージには１ｋｇ以上の本発明の繊維が巻かれていることが好ましく、更に好ましくは２ｋｇ以上、一層好ましくは４ｋｇ以上である。１ｋｇ未満では糸管交換の頻度やつなぎ込みの頻度が高過ぎ、工業的に製造するのは困難となってしまう。

【００３９】また、高速で延伸仮撚を行う際は、糸管から繊維を解除する際の張力を下げるとともに、張力の変動を抑えることが好ましい。ＰＴＴ繊維はＰＥＴ等と比べ摩擦係数が高いため、高速で糸管より繊維を解舒すると糸切れや毛羽が発生しやすい。また張力が変動しやすく、均一な仮撚加工糸を得るのは容易でない。このためには、糸管上の繊維の巻幅Ｑを４０～３００ｍｍとすることが好ましい。巻幅が３００ｍｍを超えると解除する際の張力が高くなるとともに、張力変動が大きくなってしまふ。巻幅が４０ｍｍ未満では張力は低くなるものの、解舒の際に巻糸の端部が崩れやすくなってしまふ。巻幅は６０～２００ｍｍがより好ましく、７０～１５０ｍ

other winding core (103). When as for bulge, as shown in Figure 3 - (jp2), clamping force worked strongly with contraction of volumen yarn, volumen yarn slid, it is a endface (102a) which has swelling of cheese package (100) which happens.

[0037] Bulge ratio coil width Q of innermost layer which is shown in Figure 3 - (jp1) or the Figure 3 - (jp2) and, most measuring coil width R of portion which has expanded, is value which it calculated making use of below-mentioned formula.

$$\text{Bulge ratio} = \{(R - Q) / Q\} \times 100\%$$

As for those where bulge ratio of cheese package exceeds 20 % the volumen yarn deteriorates when conveying and unwinding becomes impossible, yarn break, feather and dye splotch etc are easy to happen with mottling of unwinding tension. When it is worst, it conveys in order to protrude in comparison with the yarn bobbin it becomes impossible endface densely. In addition tightening is large, when it stops coming off from the spindle of winder, is many. preferably bulge ratio with 15 % or lower, furthermore is preferably 10 % or lower. 0 % is most desirable of course.

[0038] (ii) Cheese package geometry

When producing in industrially, frequency which exchanges yarn bobbin to the case of yarn-spinning is decreased, quite it is more important than the viewpoint of improvement and cost reduction of operating efficiency densely. In addition, after using cheese package regarding false twist step, it connects to the following cheese package and it is packed and uses, but also quite it is important from viewpoint of improvement and cost reduction of operating efficiency to decrease frequency of this connection being packed. Therefore, fiber of this invention of 1 kg or greater is wound in said cheese package, it is desirable densely, furthermore preferably 2 kg or greater and it is preferably 4 kg or greater more. Under 1 kg frequency of yarn bobbin exchange and frequency of the connection being packed to be too high, it becomes difficult to produce in industrially.

[0039] In addition, case where drawing false twist is done with high speed, when cancelling fiber from yarn bobbin, as tension is lowered, fluctuation of tension is held down, it is desirable densely. PTT fiber because coefficient of friction is high in comparison with PET etc, when with high speed fiber unwinding it does from yarn bobbin, the yarn break and feather are easy to occur. In addition it is not easy tension to be easy to fluctuate, the uniform false-twist yarn to obtain. For this, coil width Q of fiber on yarn bobbin is designated as the 40 to 300 mm, it is desirable densely. When coil width exceeds 300 mm, when cancelling, as tension becomes high, tension variation becomes large. coil width under 40 mm as for tension low, end of

mが更に好ましい。糸管は直径が50～250mmであることが好ましく、より好ましくは80～150mmである。本発明に用いる糸管はフェノール樹脂などの樹脂、金属、紙のいずれで形成されていても良い。紙の場合は5mm以上の厚みであることが好ましい。

【0040】(4) PTT繊維の製造方法

次に本発明のPTT繊維およびチーズ状パッケージを得る方法を例示する。本発明のPTT繊維は、基本的には、極限粘度1.0～1.6のPTTポリマーを用いて、紡口表面温度を255～290℃として紡口より押し出した溶融マルチフィラメントを冷却して固体マルチフィラメントに変えた後、0.02～0.20 cN/d texの巻取張力にて2000～4000m/分の速度で巻き取るにより得られる。

【0041】以下に本発明のPTT繊維の好ましい製造方法を図4及び図5を用いて詳述する。

1) まず、乾燥機1で100ppm以下の水分率まで乾燥されたPTTペレットを250～290℃に設定された押出機2に供給し溶融する。溶融PTTは265～295℃に設定されたスピンヘッド4に送液され、ギヤポンプで計量される。その後、紡口パック5に装着された複数の孔を有する紡口6を経て溶融マルチフィラメントとして紡糸チャンパー14内に押し出される。押出機に供給するPTTペレットの水分率は、ポリマーの重合度低下を抑制するという観点から50ppm以下が好ましく、更に好ましくは30ppm以下である。押出機の温度は、押出機的能力、PTTペレットの極限粘度や形状によって上記範囲内より最適な温度を選ぶことが好ましい。押出機の温度は255～280℃がより好ましい範囲である。押出機にて溶融されたポリマーは、次いでスピンヘッド4に送液され、ギヤポンプで計量され、紡口6より押し出される。

【0042】本発明においては、紡口表面温度を255～290℃とすること重要なポイントの一つである。極限粘度の高いポリマー、すなわち高重合度のポリマーは溶融粘度や伸長粘度が高いために、POYのように高速で巻取る紡糸を行う場合、次のような問題が発生する。

・ 紡糸張力が高くなってしまつて糸切れが多発する。

thevolumen yarn becomes easy to deteriorate case of unwinding. coil width 60 to 200 mm is more desirable, 70 to 150 mm furthermore is desirable. yarn bobbin diameter is 50 to 250 mm, it is desirable densely, it is a more preferably 80 to 150 mm. yarn bobbin which is used for this invention is good being formed with whichever of phenolic resin or other resin, metal and paper. In case of paper it is a thickness of 5 mm or greater, it is desirable densely.

[0040] (4) Manufacturing method of PTT fiber

Next PTT fiber of this invention and method which obtains cheese package are illustrated. PTT fiber of this invention, extrusion it is from spinneret making use of the PTT polymer of intrinsic viscosity 1.0 to 1.6, with spinneret surface temperature as 255 to 290 °C cooling the dissolving multifilament, after changing into solid multifilament, is acquired in the basic by with winding tension of 0.02 to 0.20 cN/d tex retracting with velocity of the 2000 to 4000 m/min.

[0041] Manufacturing method where PTT fiber of this invention is desirable below is detailed making use of Figure 4 and Figure 5.

1) it supplies PTT pellet which first, with dryer 1 is dried to water content of 100 ppm or less to extruder 2 which is set to 250 to 290 °C and melts. dissolving PTT liquid transport is done in spin head 4 which is set to 265 to 295 °C, weighing is done with gear pump. after that, passing by spinneret 6 which possesses hole of the plural which is mounted in spinneret pack 5 extrusion it is done inside the yarn-spinning chamber 14 as dissolving multifilament. As for water content of PTT pellet which is supplied to extruder, the 50 ppm or less is desirable from viewpoint that, controls degree of polymerization decrease of the polymer, furthermore it is a preferably 30 ppm or less. temperature of extruder, capacity of extruder, with intrinsic viscosity and the shape of PTT pellet chooses optimum temperature from inside above-mentioned range, it is desirable densely. temperature of extruder is range where 255 to 280 °C is more desirable. polymer which is melted with extruder liquid transport is done next in the spin head 4, weighing is done with gear pump, extrusion is done from the spinneret 6.

[0042] Regarding to this invention, it is a one of thing important point which designates spinneret surface temperature as 255 to 290 °C. As for polymer of polymer namely high degree of polymerization where intrinsic viscosity is high because melt viscosity and decompression viscosity are high, like POY when theyarn-spinning which is retracted with high speed is done, next kind of problem occurs.

* yarn-spinning tension becoming high, yarn break occurs frequently.

・糸ムラが発生する。このため延伸仮撚加工時に糸切れや毛羽が多発する。

・伸長粘度の高いポリマーを無理に引き伸ばすために、分子が過度に緊張した状態となり、沸水収縮率や熱応力のピーク値が大きくなる。この結果巻締まりが発生する。

・伸長粘度の高いポリマーを無理に引き伸ばすために分子の絡み合いを十分解きほぐすことができず、延伸仮撚加工にて延伸を行うと、張力が高くなって毛羽や糸切れが多発したり、分子を十分引きそろえることができないために、得られる加工糸の強度や伸縮弾性率が低くなってしまう。

【0043】溶融粘度や伸長粘度を下げるためにスピンヘッド温度を高くすると、熱分解が激しくなって得られた繊維が着色したり、重合度が下がるために満足し得る強度を示さなくなり、高速での延伸仮撚加工ができなくなったりする。このような問題を解決するためには、紡口表面温度を本発明の範囲内にすることが必要である。紡口表面温度が255℃未満では、糸切れや毛羽の多発や糸ムラ発生等、上記の問題が発生する。また、紡口表面温度が290℃を越えると熱分解が激しくなり、得られた糸は着色し、また満足し得る強度を示さなくなり、高速での延伸仮撚加工ができなくなる。紡口表面温度は260～285℃が好ましく、265～280℃が更に好ましい。

【0044】このような紡口表面温度にするためには、スピンヘッド温度を適切にするとともに、紡口直下に加熱筒を設置することが好ましい。スピンヘッド温度は265～295℃とすることが好ましく、270～290℃とすることが更に好ましく、275～285℃とすることが特に好ましい。また加熱筒温度は100～350℃が好ましく、150～300℃が更に好ましく、200～250℃が特に好ましい。加熱筒の長さは、ポリマーのからみあいをはぐす効果と紡糸の作業性より考えて50～300mmが好ましく、100～250mmが更に好ましい。

【0045】本発明においては、押出されたポリマーを過度に引き伸ばさないために、紡糸時のドラフトを100～1000の範囲とすることが好ましい。ここで紡糸ドラフトとは、下記の式で表される値である。

* yarn unevenness occurs. Because of this yarn break and feather occur frequently at time of drawing false-twisting.

Polymer where * decompression viscosity is high is pulled unreasonably and in order to extend, molecule excessively becomes state which tension is done, peak value of boiling water shrink ratio and thermal stress becomes large. As a result tightening occurs.

Polymer where * elongation viscosity is high is pulled unreasonably and entanglement of molecule fully is unraveled in order to extend when it is not possible densely, does drawing with drawing false-twisting, tension becoming high, because feather and yarn break occur frequently, fully pull the molecule and arrange and is not possible densely, strength and extension and retraction modulus of processed yarn which is acquired become low.

[0043] When spin head temperature is made high in order to lower melt viscosity and elongation viscosity, the thermal decomposition becoming extreme, fiber which is acquired colors, it stops showing strength which it can be satisfied because degree of polymerization goes down, drawing false-twisting with high speed becomes impossible. In order to solve this kind of problem, spinneret surface temperature is designated as inside range of this invention, it is necessary densely. spinneret surface temperature occurs under 255 °C, above-mentioned problem such as occurring frequently and yarn unevenness of yarn break and feather. In addition, when spinneret surface temperature exceeds 290 °C, thermal decomposition is extreme either, colors yarn which is acquired, does not show the strength which in addition it can be satisfied and or, drawing false-twisting with the high speed becomes impossible. spinneret surface temperature 260 to 285 °C is desirable, 265 to 280 °C furthermore is desirable.

[0044] In order to make this kind of spinneret surface temperature, as spin head temperature is made appropriate, the heating tube is installed in spinneret directly below densely is desirable. spin head temperature makes 265 to 295 °C, it is desirable densely, it makes the 270 to 290 °C, furthermore it is desirable densely, it makes 275 to 285 °C, especially it is desirable densely. In addition heating tube temperature 100 to 350 °C is desirable, 150 to 300 °C furthermore is desirable, 200 to 250 °C especially is desirable. As for length of heating tube, workability of effect and yarn-spinning which do intertwining of polymer compared to thinking, 50 to 300 mm is desirable, 100 to 250 mm furthermore is desirable.

[0045] Regarding to this invention, it pulls polymer which extrusion is done excessively and because it does not extend, it designates draft at the time of yarn-spinning as range of 100 to 1000, it is desirable densely. spinning draw is value which is

$$\text{紡糸ドラフト} = V_2 / V_1$$

ただし、 V_1 : 紡口から押し出される際のポリマーの線速度 (m/分)

V_2 : 第1ロール速度 (m/分)

(第1ロールを使用しない場合は、巻取り速度)

ドラフトが100未満では、紡口径が小さくなりすぎるために押出圧力が高くなり、メルトフラクチャーが発生して伸度等の物性ムラが大きくなったり、巻取り速度が遅すぎるために配向度や伸度が本発明のPTT-POYの範囲より外れてしまったりする。ドラフトが1000を越えるとポリマーを無理に引き伸ばすために、前記した種々の問題が発生しやすくなる。紡糸ドラフトは150~800が好ましく、200~600が更に好ましい。

[0046] 紡口は、直径が0.25~0.7mm、直径と長さの比が1:0.25~1:3の範囲であることが好ましい。直径が0.25mm未満であったり、直径と長さの比が3を越えると押出圧力が高くなりすぎ押出しが困難となったり繊維のムラが大きくなってしまったりしやすい。一方、直径が0.7mmを越えると繊維のムラが大きくなる。また直径と長さの比が0.25未満では、長期間紡口を用いるうちに紡口が変形したり、欠けたりしてしまうことがある。

[0047] 2) 次に、紡口より押し出された熔融マルチフィラメントは、冷却して固体マルチフィラメントに変えられる。冷却は0~40℃の冷風を熔融マルチフィラメントに当てて行うことが好ましい。固体マルチフィラメントは巻き取られるまでに、仕上げ剤付与装置10によって仕上げ剤を付与されることが好ましい。仕上げ剤を付与することにより、繊維の集束性、制電性、滑り性などが良好となり、巻取時や仮撚加工時に毛羽や糸切れが発生することを抑制したり、巻き取ったチーズ状パッケージのフォームを良好に保つことができる。

[0048] ここで仕上げ剤とは、乳化剤を用いて油剤を乳化した水エマルジョン液、油剤を溶剤に溶かした溶液、あるいは油剤そのものであり、繊維の集束性、制電性、滑り性などを向上させるものである。ここで油剤とは、脂肪酸エステル、鉱物油、分子量1000~20000のポリエーテルの1種類以上を含み、これらの和が40~90重量%である混合物が好ましく、必要に応じて成分を選択することが好ましい。

[0049] 本発明において、油剤は温度1~20重量%の水エマルジョン液として繊維に付与することが好ま

displayed with below-mentioned formula here.

$$\text{Spinning draw} = V_2 / V_1$$

However, case where it is pushed out from V_1 : spinneret linear velocity (m/min) of the polymer

V_2 : 1st roll rate (m/min)

(When 1st roll is not used, windup speed)

Draft under 100, extrusion pressure becomes high or, melt fracture occurring, elongation or other property unevenness large because spinneret diameter becomes too small, the degree of orientation and elongation come off from range of PTT-POY of this invention because windup speed is too slow. When draft exceeds 1000, polymer is pulled unreasonably and in order to extend, before various problem which was inscribed becomes easy to occur. spinning draw 150 to 800 is desirable, 200 to 600 furthermore is desirable.

[0046] As for spinneret, diameter ratio of 0.25 to 0.7 mm, diameter and the length is range of 1:0.25 to 1:3, it is desirable densely. diameter under 0.25 mm, when ratio of diameter and length exceeds 3, extrusion pressure to become too high extrusion becomes difficult and/or unevenness of fiber becomes large and/or is easy. On one hand, when diameter exceeds 0.7 mm, unevenness of fiber becomes large. In addition ratio of diameter and length becomes deformed, lacking under 0.25, while using long period spinneret, spinneret densely is.

[0047] 2) next, dissolving multifilament which was pushed out from the spinneret, cooling, is changed into solid multifilament. Cooling does, applying cool air of 0 to 40 °C to dissolving multifilament, it is desirable densely. As for solid multifilament until it is retracted, finishing agent is granted with the finishing agent applicator 10 densely is desirable. bundling property of fiber, antistatic and slipperiness etc becomes satisfactory by granting finishing agent, form of cheese package which at the time of winding and feather and yarn break occur control densely at time of false-twisting, retract is maintained satisfactorily, it is possible densely.

[0048] Finishing agent, with solution or oil itself which melted aqueous emulsion liquid and oil which emulsify oil making use of emulsifier in the solvent, bundling behavior of fiber, antistatic and lubricity etc is something which improves here. oil, including 1 kind or more of polyether of aliphatic ester, mineral oil and molecular weight 1000 to 20000, blend where these sum totals are 40 to 90 wt% is desirable here, selects according to need component densely is desirable.

[0049] Regarding to this invention, as for oil it grants to fiber as the aqueous emulsion liquid of density 1 to 20 wt% densely it is

しい。水エマルジョン液とすることで油剤の付着ムラを抑制したり、巻糸のフォームを良好にすることが容易となる。水エマルジョン液の濃度は2～10重量%がより好ましく、3～7重量%が特に好ましい。油剤の濃度が低い場合は、好ましい油剤量を繊維に付着させるためには、多量の仕上げ剤を繊維に付与する必要がある。濃度が1重量%未満では、仕上げ剤が多くなりすぎ、繊維に付与することが困難となる。一方、濃度が20重量%を越えると、仕上げ剤の粘度が高く、しかも一定量の油剤を繊維に付着させようとしたときに仕上げ剤の量が少なくなるため、繊維に均一に油剤を付与しにくくなる。

【0050】油剤は繊維の重量に対して0.2～3重量%付着させることが好ましい。0.2重量%未満では、油剤の効果が小さく、静電気により糸がばらけたり、摩擦により糸切れや毛羽が発生したりする。また3重量%を越えると、繊維の走行時の抵抗が大きくなりすぎたり、油剤がロール、熱板、ガイド等に付着してこれらを汚したりする。油剤は繊維の重量に対して0.25～1.0重量%付着させることが好ましく、特に好ましくは0.3～0.7重量%である。もちろん油剤の一部が繊維内部に浸透していてもよい。

【0051】仕上げ剤を付与する方法としては、公知のオILINGロールを用いる方法や例えば特開昭59-116404号公報などに開示されるガイドノズルを用いる方法を用いることができるが、仕上げ剤付与装置自体の摩擦による糸切れ、毛羽の発生を抑制するためにはガイドノズルを用いる方法が好ましい。仕上げ剤を繊維に付与する位置は、チャンパー14内、繊維を熱処理するゾーン15内で第1ロール11の前、およびこれらのゾーンの間のいずれの場所でもよいが、熔融マルチフィラメントが冷却風9によって室温まで冷却されて固体マルチフィラメント8に変えられた直後で最も紡口口金に近い位置が好ましい。繊維は仕上げ剤を付与すると同時に集束されるので、この位置が紡口口金に近いほど空気抵抗を下げることができ、糸切れ、毛羽の発生を抑えることができるからである。

【0052】3) 油剤を付与した固体マルチフィラメント8は直接巻取機にて巻き取っても良いが、第1ロール11などの回転しているロールに一度巻き付けた後に、巻取機で巻き取ることが好ましい。ロールと巻取機の速度を調節することで巻き取り張力を制御することが容易になるからである。ここで12は自己駆動しないフリーロールである。また固体マルチフィラメント8は、巻き取る前に熱処理を行うことが好ましい。熱処理を行うことで、繊維を結晶化して、構造を固定することができる

desirable. deposition variation of oil is controlled by fact that it makes the aqueous emulsion liquid, foam of volumen yarn is made satisfactory, densely it becomes easy. density of aqueous emulsion liquid 2 to 10 wt% is more desirable, 3 to 7 wt% especially is desirable. When density of oil is low, in order desirable amount of finish to deposit in fiber, it is necessary to grant finishing agent of large amount to fiber. density under 1 wt%, finishing agent quantity becomes too many, grant to fiber densely becomes difficult. On one hand, when density exceeds 20 wt%, viscosity of finishing agent becomes high, furthermore oil of constant amount depositing in the fiber, way when doing, because quantity of finishing agent decreases, difficult to grant oil to uniform in fiber.

[0050] As for oil 0.2 to 3 wt% it deposits vis-a-vis weight of the fiber densely it is desirable. Under 0.2 wt%, effect of oil is small, yarn rose is enough with static electricity, yarn break and feather occur due to friction. In addition when it exceeds 3 wt%, resistance when running of the fiber becoming too large, oil depositing in roll, hot plate and guide etc these are polluted. As for oil 0.25 to 1.0 weight % it deposits vis-a-vis weight of the fiber densely to be desirable, it is a particularly preferably 0.3 to 0.7 weight %. Portion of oil has been allowed to have permeated to fiber inside of course.

[0051] Method which uses guide nozzle which is disclosed in met hod and for example Japan Unexamined Patent Publication Showa 59-116404 disclosure etc which use oiling roll of public knowledge as method which grants finishing agent, can be used, but in order to control occurrence of yarn break and feather in friction of finishing agent applicator itself, method which uses guide nozzle is desirable. Position where finishing agent is granted to fiber, inside the chamber 14, inside zone 15 which fiber heat treatment is done is good any site before 1st roll 11, and between these zone, but dissolving multifilament being cooling air 9, being cooled to room temperature, immediately after being changed into solid multifilament 8, position where it is closest to spinneret is desirable. Because fiber when finishing agent is granted, because converging it is done simultaneously, extent air resistance where this position is close to the spinneret is lowered, it to be possible densely, occurrence of the yarn break and feather is held down, is possible densely.

[0052] 3) it is good retracting solid multifilament 8 which grant s oil directly with winder, but 1st roll 11 or other one time after winding in the roll which is turning, it retracts with winder, it is desirable densely. Because by fact that speed of roll and winder is adjusted windup tension is controlled densely becomes easy. 12 self is free roll which is not driven here. In addition as for solid multifilament as for 8, before retracting, the heat treatment is done, it is desirable densely. By fact that heat treatment is done, crystallization doing fiber, it locks

、巻締まりや、保管中の繊維物性の経時変化を抑制できるからである。

【0053】繊維の熱処理方法としては、図4の第1ロール11により熱処理する方法の他に、図5-(イ)の第1ロール11又は/及び第2ロール16により熱処理する方法、図5-(ロ)の第1ネルソンロール17から第2ネルソンロール18のうちいずれか一つあるいは複数のロールで熱処理する方法、図5-(ハ)の第1ヒーター19又は/及び第2ヒーター20により熱処理する方法、図5-(ニ)の第1ヒーター19により熱処理する方法などが挙げられる。図5-(ハ)、(ニ)の場合は、ヒーターでの熱処理に加えてロールで熱処理を行っても良い。

【0054】熱処理に用いるヒーターとしては、接触式のヒーター、非接触式のヒーターいずれを用いてもかまわない。また、加熱気体を用いる方法でも良い。これらのうち、加熱ロールを用いる方法が、上記のロールと巻取機の速度調整と、熱処理を同時に行うことができることより最も好ましい。本発明において、ロールで熱処理するとは、自己駆動しているロールで熱処理し、フリーロールでは熱処理していないことを示しているが、もちろんフリーロールで熱処理を行ってもかまわない。

【0055】熱処理の温度は50～170℃であることが好ましい。50℃未満では繊維を十分結晶化して構造を固定することができないために、巻締まりが起きたり、物性が経時変化するために工業的に仮撚加工が困難となったりする。また、170℃を越えると熱処理時に糸切れや毛羽が発生したり、結晶化が進みすぎて繊維-繊維間の静摩擦係数が小さくなってバルジ率が大きくなったり、仮撚加工が困難になったりする。熱処理の温度は、好ましくは60～150℃、更に好ましくは80～130℃である。

【0056】また、熱処理時間は0.001～0.1秒であることが好ましい。ここで言う熱処理時間とは、複数のロールやヒーターで熱処理する場合は、これらの合計時間である。熱処理時間が0.001秒未満では熱処理時間が短く十分な結晶化を進めることができないため、巻締まりやバルジが発生しやすく、また経時変化もしやすい。一方、熱処理時間が0.1秒を越えると、結晶化が進みすぎ、繊維-繊維間の静摩擦係数が小さくなりすぎてしまい、得られるチーズ状パッケージはバルジの大きいものとなりやすい。本発明においては、熱処理温度が高くなっても、熱処理時間が長くなっても、また巻

construction densely it to be possible, because you can control the change over time of fiber property which is in tightening and storage.

[0053] As thermal processing method of fiber, with 1st roll 11 of Figure 4 thermal processing toother than method which is done, with 1st roll 11 and/or 2nd roll 16 of Figure 5 - (jp1) the thermal processing method of doing. From 1st Nelson roll 17 of Figure 5 - (jp2) with inside any one of 2nd Nelson roll 18 or the roll of plural thermal processing method of doing. With 1st heater 19 and/or 2nd heater 20 of Figure 5 - (jp3) thermal processing method of doing. method etc which thermal processing is done is listed by 1st heater 19 of the Figure 5 - (jp4). In case of Figure 5 - (jp3) and (jp4), it is good doing thermal processing with the heater with roll in addition to thermal processing.

[0054] Heater of contact type, making use of noncontacting heater which you are not concerned as heater which is used for heat treatment. In addition, it is good even with method which uses heated gas. It is more desirable than among these, method which uses heated roll, doing above-mentioned roll and rate adjustment and heat treatment of winder simultaneously and being possible densely. Regarding to this invention, heat treatment it does with roll with, the self with roll which has been driven heat treatment to do, with the free roll heat treatment it has not done, it has shown densely, but doing the heat treatment of course with free roll, you are not concerned.

[0055] Temperature of heat treatment is 50 to 170 °C, it is desirable densely. Under 50 °C fully crystallization doing fiber, because locks structure and is not possible densely, tightening occurs, property in order the change over time to do false-twisting becomes difficult in industrially. In addition, when it exceeds 170 °C, yarn break and feather occur at time of heat treatment, crystallization advancing too much, static coefficient of friction between fiber - fiber becoming small, bulge ratio becomes large, false-twisting becomes difficult. temperature of heat treatment, preferably 60 to 150 °C, furthermore is preferably 80 to 130 °C.

[0056] In addition, heat treatment time is 0.001 to 0.1 second, it is desirable densely. heat treatment time referred to here, when heat treatment it does with roll and the heater of plural, is these total time. Because heat treatment time under 0.001 second heat treatment time advances sufficient crystallization shortly and is not possible densely, tightening and bulge are easy to occur, in addition change over time are easy. On one hand, when heat treatment time exceeds 0.1 second, crystallization advances too much, static coefficient of friction between fiber - fiber becomes too small, the cheese package which is acquired is easy to become something where bulge is large. Regarding to

取速度が大きくなっても結晶化度は高くなる。このため熱処理温度、巻取速度に応じた熱処理時間を選ぶことがより好ましい。

【0057】4) 次に固体マルチフィラメントは、巻取機13を用いて巻き取られる。巻取速度は2000~4000m/分であることが必要である。巻取速度が2000m/分未満では、繊維の配向が低いために、保管中に物性が経時変化したり、繊維が脆くなったりして、繊維の取扱や仮燃加工が困難となる。また、4000m/分を越えると、繊維の配向や結晶化が進みすぎ、また巻取時の張力が下げられないために、糸管上で繊維が大きく収縮し、巻締まりが発生してしまう。好ましくは、2200~3800m/分であり、更に好ましくは2500~3600m/分である。本発明においては、巻き取る時の張力が0.02~0.20cN/dtexであることが必要である。

【0058】従来行われてきたPETやナイロンの溶融紡糸でこのように低い張力で巻き取ろうとすると、糸の走行が安定せず、糸が巻取機のトラバースから外れたりして糸切れが発生したり、巻糸を次の糸管に自動で切り替える時に切替ミスが発生したりする。しかしながら、驚くべきことにPTT繊維では本発明のように極低い張力で巻き取ってもこのような問題が発生せず、しかも低い張力とすることで初めて巻締まりなく良好な巻姿のチーズ状パッケージを得ることができる。このように低い張力でも安定して巻取りができるのはPTT繊維の特徴である低弾性率と高弾性回復率に起因していると考えられる。

【0059】張力が0.02cN/dtex未満では張力が弱すぎるために巻取機の絞振りガイドでの絞振りが良好にできず、巻フォームが悪くなってしまったり、トラバースより糸が外れ、糸切れが起こったりしてしまう。また、0.20cN/dtexを越えると、たとえ繊維を熱処理して巻き取ったとしても巻締まりが発生してしまう。巻き取る時の張力は好ましくは0.025~0.15cN/dtex、更に好ましくは0.03~0.10cN/dtexである。巻取機の前にロールを設置する際のロールの周速度は巻取張力が上記の範囲内になるように、調整することが好ましい。このロール速度は通常巻取速度に対して0.80~1.1倍の速度であることが好ましい。

【0060】本発明では、紡糸過程で必要に応じて、交絡処理を行ってもよい。交絡処理は、仕上げ剤付与前、熱処理前、巻取前のいずれか、あるいは複数の場所で行ってもよい。本発明に用いる巻取機としては、スピンド

this invention, heat treatment temperature becoming high even when, heat treatment time long becoming even when, in addition windup speed becoming large the degree of crystallization becomes high. Because of this heat treatment time which responds to heat treatment temperature and windup speed is chosen, it is more desirable densely.

[0057] 4) next solid multifilament is retracted making use of winder 13. windup speed is 2000 to 4000 m/min, it is necessary densely. windup speed under 2000 m/min, because orientation of fiber is low, the property change over time doing while keeping, fiber becoming brittle, handling and false-twisting of fiber become difficult. In addition, when it exceeds 4000 m/min, orientation and crystallization of the fiber advance too much, because in addition it cannot lower the tension at time of winding, fiber contracts largely on the yarn bobbin, tightening occurs. With preferably and 2200 to 3800 m/min, furthermore it is a preferably 2500 to 3600 m/min. Regarding to this invention, when retracting, tension is 0.02 to 0.20 cN/dtex, it is necessary densely.

[0058] With melt spinning of PET and nylon which are done until recently this way when it winds with low tension and makes the taking wax, running of yarn does not stabilize, yarn comes off from traverse of winder and/or yarn break occurs, when the volume yarn changing to following yarn bobbin with automatic, the changeover mistake occurs. But, in surprising fact with PTT fiber like this invention extremely retracting with low tension, it can acquire cheese package of satisfactory fluff by fact that it makes tension where this kind of problem does not occur, furthermore is low without tightening for first time. This way stabilizing even with low tension, what winding is possible is thought that it has originated in low elastic modulus and high elastic recovery ratio which are a feature of PTT fiber.

[0059] Tension under 0.02 cN/dtex tension weakness traversing with traversing guide of winder volume form becomes bad in order to pass with a satisfactory, traverse twist yarn comes off, yarn break happens. In addition, when it exceeds 0.20 cN/dtex, heat treatment doing fiber even if, assuming, that it retracted, tightening occurs. When retracting, tension preferably 0.025 to 0.15 cN/dtex, furthermore is preferably 0.03 to 0.10 cN/dtex. When installing roll before winder, in order for winding tension to be inside above-mentioned range, adjusts perimeter velocity of roll densely is desirable. This roll speed is speed of 0.80 to 1.1 times usually vis-a-vis windup speed, it is desirable densely.

[0060] With this invention, it is possible to do according to need and entanglement process with the yarn-spinning process. entanglement process, before finishing agent granting, is good doing with any before the before heat treatment and winding,

ル駆動方式、タッチロール駆動方式、スピンドルとタッチロールの双方が駆動している方式のいずれの巻取機でもかまわないが、スピンドルとタッチロールの双方が駆動している方式の巻取機が糸を多量に巻き取るためには好ましい。

【0061】タッチロールあるいはスピンドルどちらか一方のみが駆動する場合、他方は駆動軸からの摩擦により回転しているため、スピンドルに取り付けられている糸管とタッチロールでは滑りにより表面速度が異なってしまう。このためタッチロールからスピンドルに糸が巻き付けられる際、糸が伸ばされたり、ゆるんだりしてしまい張力が変わって巻姿が悪化してしまったり、糸がこずられてダメージを受けたりしやすい。スピンドルとタッチロールの双方が駆動することによりタッチロールと糸管の表面速度の差を制御することが可能となって滑りを減らすことができ、糸の品質や、巻姿を良好にすることができる。

【0062】繊維を巻き取る際の絞角は $3.5 \sim 8^\circ$ であることが好ましい。 3.5° 未満では糸同士があまり交差していないために滑りやすく、絞落ちやバルジの発生が起こりやすい。また 8° を超えると、糸管の端部に巻かれる糸の量が多くなるために中央部に比べ端部の径が大きくなる。このため巻き取っている際は端部のみがタッチロールに接触してしまい糸品質が悪化してしまったり、また巻き取った糸を解舒する際の張力変動が大きくなり、毛羽や糸切れが多発したりしてしまいやすい。絞角は $4 \sim 7^\circ$ が更に好ましく、特に好ましいのは $5 \sim 6.5^\circ$ である。

【0063】5) 本発明のPTT-POYは、延伸仮撚加工を行うことにより非常にソフトで良好なストレッチ性、およびその持続性を有した仮撚加工糸とすることができる。本発明の仮撚加工糸は極限粘度が $1.0 \sim 1.6$ である必要がある。この範囲の極限粘度とすることで、本発明の目的とする高速での延伸仮撚加工が可能となる。本発明の仮撚加工糸は、伸縮伸長率が $180 \sim 300\%$ 、伸縮弾性率が $80 \sim 100\%$ 、けん縮数が $4 \sim 30$ 個/cmである必要がある。これらを満足することで非常にソフトで良好なストレッチ性、およびその持続性を有するとともに、織編等の工程通過性に優れ、また表面が滑らかな、品位の高い布帛を得ることが可能となる。

【0064】伸縮伸長率が 180% 未満であったり、伸縮弾性率が 80% 未満であったり、けん縮数が 4 個/cm未満であったりすると、ソフトさや弾性回復性の劣つ

or site of multiple. You are not concerned any winder of system which both parties of the spindle drive system, touch roll driving system, spindle and touch roll have driven as winder which is used for this invention. In order for winder of system which both parties of spindle and touch roll have driven to retract yarn in large amount, it is undesirable.

[0061] When touch roll or spindle either one only one side it drives, as for the other because it is turning due to friction from drive shaft, with the yarn bobbin and touch roll which are installed in spindle surface rate differs depending upon slip. Because of this occasion where yarn from touch roll it can wind around spindle, yarn to be extended, to become loose and the tension changing and fluff deteriorating, yarn being rubbed, it is easy to receive damage. Difference of surface rate of touch roll and yarn bobbin is controlled due to fact that both parties of spindle and touch roll drive densely becoming possible, slip is decreased, it is possible densely, can make quality and fluff of yarn satisfactory.

[0062] Case where fiber is retracted intersecting angle is 3.5 to 8° , it is undesirable densely. Under 3.5° slip it is easy because yarn has not crossed excessively, occurrence of yarn slippage and bulge is easy to happen. In addition when it exceeds 8° , diameter of end becomes large because quantity of yarn which is wound in end of the yarn bobbin becomes many in comparison with center. Because of this case where it has retracted only end contacts touch roll and when unwinding doing yarn where yarn quality deteriorates, in addition retracts, tension variation becomes large, feather and yarn break are easy to occur frequently. Fact that intersecting angle 4 to 7° furthermore is desirable, especially is desirable is 5 to 6.5° .

[0063] 5) as very it can designate PTT-POY of this invention, satisfactory stretchable, and false-twist yarn which possesses its retention with the software by doing drawing false-twisting. As for false-twist yarn of this invention it is necessary for intrinsic viscosity to be 1.0 to 1.6 . By fact that it makes intrinsic viscosity of this range, drawing false-twisting with the high speed which is made objective of this invention becomes possible. As for false-twist yarn of this invention, extension and retraction elongation 180 to 300% and extension and retraction modulus has the necessity for 80 to 100% and crimp number to be 4 to $30/cm$. By fact that these are satisfied very in software satisfactory stretchable, and its retention it is superior in possessing and also woven compilation or other process passing it obtains cloth where in addition surface smooth and quality is high, densely it becomes possible.

[0064] Extension and retraction elongation under 180% , extension and retraction modulus under 80% , crimp number is under $4/cm$, with, it becomes processed yarn where softness and

た加工系となったり、バルキー性が不足し、膨らみ感の不足したフィラメントタッチの加工系となったりしてしまう。一方、伸縮伸長率が300%を越えたり、けん縮数が30個/cmを越えたりすると織編等の工程通過性が悪化したり、得られる布帛はがさつき感、ふかつき感が大きくなり、PTTの持つソフトな風合いを充分に活かした布帛ではなくなってしまう。伸縮弾性率は高めれば高い程良く、100%が上限である。伸縮伸長率は好ましくは200~280%、更に好ましくは220~260%であり、伸縮弾性率は好ましくは85~100%、更に好ましくは90~100%、けん縮数は好ましくは6~28個/cm、更に好ましくは8~25個/cmである。

【0065】また、本発明の仮撚加工系は強度が2.5 cN/dtex以上であることが好ましい。この範囲の強度とすることで、布帛化する工程での糸切れが減少したり、得られる布帛の強度を高くすることができる。強度は3.0 cN/dtex以上がより好ましく、3.2 cN/dtex以上が更に好ましい。強度は高いほど良いが、通常5 cN/dtex以上の加工系を製造することは困難である。このような仮撚加工系は本発明のPTT-POY及びチーズ状パッケージを用いることで初めて得ることができる。繊維の極限粘度が高く特定の構造を有しているために高温時の物性に優れ、チーズ状パッケージからの解舒張力が低くかつ張力ムラが小さいために、適正な加熱温度、撚数、ドロー比、ディスク速度/糸速度の比が選定できるからである。

【0066】延伸仮撚加工の方法としては、高速での延伸仮撚加工が可能なフリクションタイプ、ニップベルトタイプ、エアー加撚タイプ等が好ましい。加工速度は生産性より考えると、500m/分以上が好ましく、700m/分以上が更に好ましく、800m/分以上が特に好ましい。加工温度は、接触式のヒーターでは165~210℃である必要がある。加工温度が165℃未満では十分なけん縮を付与することができない。また、210℃を越えると毛羽や糸切れが多発してしまう。非接触式のヒーターでは、ヒーターと繊維との距離により好ましい温度が変化するが、上記範囲はおおよそ240~500℃に相当する。接触式ヒーターでの温度は170~200℃がより好ましくは、更に好ましくは175~190℃である。

【0067】仮撚加工時のドロー比（延伸倍率）は、仮撚加工系の伸度が40~50%となるように調整することが好ましい。この場合、延伸比は、通常1.05~2.0倍である。ディスク式の仮撚機の場合、加撚ディスクはセラミック、ウレタン等を用いることが好ましく、

theelastic recovery are inferior, bulkiness becomes insufficient, becomes processed yarn of filament touch where bulky feel becomes insufficient. On one hand, when extension and retraction elongation exceeds 300 %, crimp number exceeds the 30 / cm, woven compilation or other process passing deteriorates, cloth which is acquired Satsuki impression, puffy feel becomes large, stops being cloth which utilizes soft texture which PTT has to the satisfactory. extension and retraction modulus if it is high, is high, it is proper, 100 % is the upper limit. As for extension and retraction elongation preferably 200 to 280 %, furthermore with preferably 220 to 260 %, as for the extension and retraction modulus preferably 85 to 100 %, furthermore as for preferably 90 to 100 % and crimp number preferably 6 to 28 / cm, furthermore it is a preferably 8 to 25 / cm.

[0065] In addition, false-twist yarn of this invention strength is above 2.5 cN/d tex, it is desirable densely. By fact that it makes strength of this range, to cloth theyarn break with step which is converted decreases, can make the strength of cloth which is acquired high. strength above 3.0 cN/d tex is more desirable, or more of 3.2 cN/d tex furthermore is desirable. strength high extent is good, but it is difficult usually to produce processed yarn above 5 cN/d tex. It can acquire this kind of false-twist yarn for first time by PTT - POY of the this invention and fact that cheese package is used. Because intrinsic viscosity of fiber has had specific construction highly to be superior in property at time of high temperature, because unwinding tension from the cheese package to be low and because tension unevenness is small, can select the ratio of proper heating temperature, number of twists, draw ratio and disk speed / yarn speed.

[0066] As method of drawing false-twisting, friction type, nip belt type and air added twist type etc where drawing false-twisting with high speed is possible are desirable. As for fabrication speed when productivity compared to you think, 500 m/min or higher is desirable, 700 m/min or higher furthermore is desirable, 800 m/min or higher especially is desirable. fabrication temperature with heater of contact type has necessity to be a 165 to 210 °C. fabrication temperature under 165 °C grants sufficient crimp is not possible densely. In addition, when it exceeds 210 °C, feather and yarn break occur frequently. With noncontacting heater, desirable temperature changes with distance of the heater and fiber, but above-mentioned range is suitable to the approximately 240 to 500 °C. temperature with contact type heater 170 to 200 °C more preferably, furthermore is the preferably 175 to 190 °C.

[0067] In order for elongation of false-twist yarn to become 40 to 50 %, adjusts the draw ratio (draw ratio) at time of false-twisting, densely is desirable. In this case, draw ratio is 1.05 to 2.0 times usually. In case of false twist machine of disk type, added twist disc uses ceramic and the urethane etc, it is desirable

ディスク速度／糸速度の比（D／Ｙ比）は１．７～３であることが好ましい。この範囲とすることで、本発明の範囲のけん縮数とすることが容易となる。

【００６８】

【発明の実施の形態】本発明について、以下に実施例などを用いて具体的に説明する。言うまでもなく本発明は実施例などにより何ら限定されるものでない。尚、実施例中の主な測定値は以下の方法で測定した。

（１）極限粘度

極限粘度 $[\eta]$ は、オストワルド粘度計を用い、 35°C 、 α -クロロフェノール中での比粘度 η_{sp} と濃度 C ($\text{g}/100$ ミリリットル) の比 η_{sp}/C を濃度ゼロに外挿し、以下の式に従って求めた。

$$[\eta] = \lim (\eta_{sp}/C)$$

$$C \rightarrow 0$$

【００６９】（２）複屈折率

繊維便覧—原料編、p. 969（第５刷、１９７８年丸善株式会社）に準じ、光学顕微鏡とコンペンセーターを用いて、繊維の表面に観察される偏光のリターデーションから求めた。

（３）強度（破断強度）、伸度（破断伸度）

JIS-L-1013に基づいて定速伸長形引張試験機であるオリエンテック（株）社製テンシロンを用いて、つかみ間隔 20 cm 、引張速度 $20\text{ cm}/\text{分}$ にて測定した。 160°C での強度、伸度は同様な装置、条件にて、サンプルを 160°C の高温槽に入れた状態で測定を行った。

【００７０】（４）熱応力のピーク値

鐘紡エンジニアリング社製のKE-2を用いた。初過重 0.044 cN/d tex 、昇温速度 $100^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で測定した。得られたデータは横軸に温度、縦軸に熱応力をプロットし温度—熱応力曲線を描く。熱応力の最大点の値を熱応力のピーク値とした。

（５）密度

densely, ratio (D/Y ratio) of disc rate / yarn speed is the 1.7 to 3, it is desirable densely. By fact that it makes this range, it makes crimp number of range of the this invention, densely it becomes easy.

[0068]

[Embodiment of Invention] Concerning this invention, you explain concretely below making use of Working Example etc. Until you say, this invention is not something which is limited by the Working Example etc without. Furthermore it measured main measured value in Working Example with the method below.

(1) Intrinsic viscosity

Intrinsic viscosity $[\eta]$, extrapolated specific viscosity η_{sp} in 35°C and α -chlorophenol and the ratio η_{sp}/C of concentration $C(\text{g}/100\text{ ml})$ in concentration zero making use of Ostwald viscometer, followed to formula below and sought.

$$[\eta] = \lim (\eta_{sp}/C)$$

$$C \rightarrow 0$$

[0069] (2) Birefringence ratio

Fiber handbook - starting material compilation, according to p. 969 (5th issue, 1978 Maruzen KK), making use of the optical microscope and compensator, it sought from retardation of polarized light which is observed to surface of fiber.

(3) Strength (break strength) and elongation (elongation at break)

It measured with grip spacing 20 cm and strain rate $20\text{ cm}/\text{min}$ making use of Orientech Corporation (DB 69-607-3550) supplied Tensilon which is a constant draw rate type tensile tester on basis of JIS - L - 1013. strength with 160°C , elongation similar equipment, with condition, measured with state which inserted sample in high temperature bath of the 160°C .

[0070] (4) Peak value of thermal stress

KE - 2 of Kanebo Ltd. (DB 69-053-5489) engineering supplied was used. First overweight 0.044 cN/d tex , it measured with heating rate $100^{\circ}\text{C}/\text{per minute}$. in horizontal axis thermal stress plot it does data which is acquired in temperature and vertical axis draws temperature - thermal stress curve. Value of maximum point of thermal stress was designated as peak value of the thermal stress.

(5) Density

JIS-L-1013に基づいて四塩化炭素およびn-ヘプタンにより作成した密度勾配管を用いて密度勾配管法にて測定を行った。

(6) 沸水収縮率

JIS-L-1013に基づき、かせ収縮率として求めた。

[0071] (7) 広角X線回折 (カウンター法)

理学電機株式会社 (現株式会社リガク) 製広角X線回折装置ロータフレックスRU-200を用いて下記の条件にて観察を行った。

X線種 : Cu K α 線

出力 : 40KV 120mA

ゴニオメーター : 理学電機株式会社 (現株式会社リガク) 製

検出器 : シンチレーションカウンター

計数記録装置 : RINT2000、オンラインデータ処理システム

スキャン範囲 : $2\theta = 5 \sim 40^\circ$

サンプリング間隔 : 0.03°

積算時間 : 1秒

回折強度は、サンプルを測定して得た回折強度と空気散乱強度より以下の式に従って求めた真の回折強度を用いた。

真の回折強度 = サンプルの回折強度 - 空気散乱強度

[0072] (8) U%

U%はツェルベガーウスター株式会社製USTER-TESTER3により下記の条件にて測定して求めた。

測定速度 : 100m/分

測定時間 : 1分

測定回数 : 2回

捻り種類 : S捻り

On basis of JIS - L - 1013 it measured with density gradient tube method making use of the density gradient tube which was drawn up with carbon tetrachloride and n - heptane .

(6) Boiling water shrink ratio

It sought on basis of JIS - L - 1013, as bulk shrinkage.

[0071] (7) Wide angle x-ray diffraction (counter method)

You observed with below-mentioned condition Rigaku Corporation (DB 69-054-9415) KK (Reality KK Rigaku Corp. (DB 69-054-9415)) make making use of wide angle x-ray diffraction equipment Rotaflex RU - 200.

X-ray kind : Cu Ka line

Output : 40 KV 120 mA

Goniometer : Rigaku Corporation (DB 69-054-9415) KK (Reality KK Rigaku Corp. (DB 69-054-9415)) make

Detector : Scintillation counter

Counting recording equipment : RINT2000 and online data processing system

Scan range : $2\theta = 5$ to 40°

Sampling interval : 0.03°

Integration time : 1 second

Diffraction intensity, measuring sample, from diffraction intensity and air scattering intensity which it acquires following to formula below, used true diffraction intensity which it sought.

Diffraction intensity - air scattering intensity of true diffraction intensity = sample

[0072] (8) U%

U% measuring with below-mentioned condition due to Zellweger Worchester KK make Uster * TESTER3 , it sought.

Measuring speed : 100 m/min

Measurement time : 1 min

Number of measurements : Twice

Twist types : S-twist

【0073】(9) 油剤付着率

JIS-L-1013に基づき、繊維をジエチルエーテルで洗浄し、ジエチルエーテルを留去して繊維表面に付着した純油剤量を繊維重量で割って求めた比率を油剤付着率とした。

(10) バルジ率

図3-(イ)または図3-(ロ)に示す糸層(104)の最内層の巻幅Q及び、最も膨らんでいる部分の巻幅Rを測定して、以下の式に従って算出した。

$$\text{バルジ率} = \{(R - Q) / Q\} \times 100\%$$

【0074】(11) 仮撚加工系のけん縮数

JIS-L-1015に基づき、5本の仮撚加工系について90℃の空气中で15分間処理した後、仮撚加工系25mm間当たりのけん縮数を数え、平均値を求めた。この結果を1cm当たりのけん縮数に換算した値を用いた。

(12) 仮撚加工系の伸縮伸長率

JIS-L-1090に基づき、90℃の空气中で15分間処理した後、伸縮性A法により仮撚加工系の伸縮伸長率(%)を求めた。

(13) 仮撚加工系の伸縮弾性率

JIS-L-1090に基づき、90℃の空气中で15分間処理した後、伸縮性A法により仮撚加工系の伸縮弾性率(%)を求めた。

【0075】

【実施例1~4】テレフタル酸ジメチルと1,3-プロパンジオールを1:2のモル比で仕込み、テレフタル酸ジメチルの0.1重量%に相当するチタンテトラブトキシドを加え、常圧下ヒーター温度240℃でエステル交換反応を完結させた。次にチタンテトラブトキシドを更に理論ポリマー量の0.1重量%、二酸化チタンを理論ポリマー量の0.05重量%添加し、270℃で3時間反応させた。得られたポリマーを更に減圧下、210℃にて固相重合し第一表に示した極限粘度のポリマーを得た。得られたポリマーを図4に示した装置を用いて、定法により乾燥し、水分を50ppmにした後、260℃に設定した押出機にて溶融させた後、第一表に示した温度のスピンヘッドに送液し、直径0.35mm、長さ0.35mmの孔が36個開いた一重配列の紡口より押出した。紡口下には第一表に示した温度とした長さ100mmの加熱筒を設置した。この時の紡口表面温度を第一

[0073] (9) Oil deposition ratio

On basis of JIS - L - 1013, washing fiber with diethyl ether, removing the diethyl ether and dividing pure amount of finish which deposits in fiber surface with the fiber weight it designated ratio which it sought as oil deposition ratio.

(10) Bulge ratio

Coil width Q of innermost layer of thread layer (104) which is shown in Figure 3 - (jp1) or the Figure 3 - (jp2) and, most measuring coil width R of portion which has expanded, following to formula below, it calculated.

$$\text{Bulge ratio} = \{(R - Q) / Q\} \times 100\%$$

[0074] (11) Crimp number of false-twist yarn

15 min after treating in air of 90 °C, it counted the crimp number per between false-twist yarn 25 mm on basis of JIS - L - 1015, concerning the false-twist yarn of 5, sought mean value. Value which converts result to crimp number of per cm was used.

(12) Extension and retraction elongation of false-twist yarn

Extension and retraction elongation (%) of false-twist yarn was sought on basis of JIS - L - 1090, 15 min after treating in air of 90 °C, with stretchability method A.

(13) Extension and retraction modulus of false-twist yarn

Extension and retraction modulus (%) of false-twist yarn was sought on basis of JIS - L - 1090, 15 min after treating in air of 90 °C, with stretchability method A.

[0075]

[Working Examples 1~4] Transesterification it completed with heater temperature 240 °C under ambient pressure dimethyl terephthalate and the 1,3 - propanediol including titanium tetrabutoxide which is suitable to 0.1 weight % of the addition and dimethyl terephthalate with mole ratio of 1:2. titanium tetrabutoxide furthermore 0.1 weight % of theory amount of polymer, 0.05 weight % of theory amount of polymer it added titanium dioxide next, 3 hours reacted with 270 °C. polymer which is acquired furthermore under vacuum, the solid phase polymerization was done with 210 °C and polymer of intrinsic viscosity which is shown in first chart was acquired. It dried making use of equipment which shows polymer which is acquired in Figure 4, with fixed method, after designating water as 50 ppm, with extruder which is set to 260 °C after melting the liquid transport it does in spin head of temperature which is shown in the first chart, hole of diameter 0.35 mm and length

表に示した。

【0076】次に、温度20℃の冷風を風速0.4m/分にて溶融マルチフィラメントに当てて急冷し固体マルチフィラメントに変えた後、ガイドノズルを用いて、ステアール酸オクチル60重量%、ポリオキシエチレンアルキルエーテル15重量%、リン酸カリウム3重量%を含んだ油剤を濃度5重量%の水エマルジョン仕上剤として、繊維に対して油剤付着率が0.5重量%となるように付与した。油剤を付与した固体マルチフィラメントは、第一表の温度、速度の第1ロールに6回巻き付けた後、スピンドルとタッチロールの双方を駆動する方式の巻取機を用いて、第一表に示した巻取速度、巻取張力にて、綾角5°として直径124mm、厚み7mmの紙製の糸管に巻幅90mmにて4kg巻き取って100dtex/36fの繊維の巻かれたチーズ状パッケージを得た。巻き取ったチーズ状パッケージは巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も良好な範囲であった。得られた繊維物性を第二表に記す。得られた繊維はいずれも本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。

【0077】

【比較例1～5】第一表に示した条件にて、実施例1と同様にして繊維を得た。得られた繊維物性を第二表に記す。比較例1、2は、用いたポリマーの極限粘度が低いために繊維の極限粘度が本発明の範囲を外れており、160℃でのタフネスも低いものであった。比較例3は、用いたポリマーの極限粘度が高すぎるために、紡糸中に糸切れが多発し、繊維を得ることができなかった。比較例4は、加熱筒を設置しなかったために紡口表面温度が低くなり、巻締まりが発生して1kg巻き取ってもチーズ状パッケージを巻取機のスピンドルより取り出すことができなかった。繊維を200g程度巻き取って繊維物性を測定したところ、熱応力のピーク値が高く、また糸ムラが大きくU%も高いものであった。比較例5は、巻取速度が低いために複屈折率、伸度が本発明の範囲を外れ、また密度が低く、沸水収縮率が大きいものであった。

【0078】

0.35mm ϕ 36 extrusionis from spinneret of single array which was opened. heating tube of length 100 mm which is made temperature which is shown in the first chart was installed under spinneret. spinneret surface temperature of this time was shown in first chart.

[0076] Next, applying cool air of temperature 20 °C to dissolving multifilament with their speed 0.4 m/min, quench it did and after changing into solid multifilament, in order for oil deposition ratio to become 0.5 weight % with oil which includes the stearic acid octyl 60 weight %, polyoxyethylene alkyl ether 15 weight % and potassium phosphate 3 wt% making use of guide nozzle, as the aqueous emulsion finishing agent of concentration 5 weight %, vis-a-vis fiber, it granted. solid multifilament which grants oil with windup speed and winding tension which are shown in first chart temperature in first chart, 6 winding after attaching, making use of winder of system which drives both parties of spindle and touch roll to 1st roll of velocity, in the yarn bobbin of paper of diameter 124 mm and thickness 7 mm 4 kg retracting with coil width 90 mm as intersecting angle 5°, acquired cheese package where fiber of the 100 dtex/36f is wound. cheese package which it retracts came out more easily than spindle of the winder, also bulge ratio was satisfactory range. fiber property which is acquired is inscribed to second chart. as for fiber which is acquired none being something which is suitable to range of this invention, as for occurrence of the yarn break and feather was recognized with yarn-spinning process.

[0077]

[Comparative Example 1 to 5] With condition which is shown in first chart, fiber was acquired to similar to Working Example 1. fiber property which is acquired is inscribed to second chart. As for Comparative Example 1, 2, intrinsic viscosity of fiber has deviated from range of this invention because intrinsic viscosity of polymer which is used is low, those where also toughness with 160 °C is low. As for Comparative Example 3, because intrinsic viscosity of polymer which is used is too high, yarn break could occur frequently in yarn-spinning, could not acquire the fiber. As for Comparative Example 4, spinneret surface temperature to become low because heating tube is not installed, tightening occurring and 1 kg retracting it removes the cheese package from spindle of winder, it was not possible densely. 200g extent retracting fiber, when it measured fiber property, peak value of thermal stress is high, in addition yarn unevenness to be large those where also U% is high. As for Comparative Example 5, birefringence ratio and elongation deviate from range of this invention because windup speed is low, in addition density is low, those where boiling water shrink ratio is large.

[0078]

【表 1】

[Table 1]

「第一表」

	ポリマー 極限粘度 [η]	SH温度 ℃	加熱筒 温度 ℃	紡口表面 温度 ℃	紡口径 mm	吐出量 g/min	紡糸 ドラフト	第一ローラー		巻取 張力 cN/dtex	巻取 速度 m/min	糸管の 取り出し	バレル 率 %
								温度 ℃	周速度 m/min				
実施例 1	1.30	280	200	265	0.35	30.0	410	90	3060	0.04	3000	○	9
実施例 2	1.40	285	250	280	0.35	30.0	408	90	3050	0.05	3000	○	9
実施例 3	1.30	285	250	280	0.35	30.0	406	90	3030	0.04	3000	○	7
実施例 4	1.30	280	200	265	0.35	27.5	305	90	2510	0.03	2500	○	5
比較例 1	0.90	265	200	250	0.35	27.5	305	30	2510	0.03	2500	○	5
比較例 2	0.90	280	200	285	0.35	27.5	305	30	2510	0.03	2500	○	5
比較例 3	1.70	300	200	290	0.35	27.5	313	30	2570	—	2500	糸切れ	—
比較例 4	1.30	265	なし	245	0.35	27.5	310	30	2550	0.04	2500	×	—
比較例 5	1.30	280	200	265	0.35	24.0	125	30	1490	0.03	1500	○	4

SH温度 : スピンヘッド温度

糸管の取り出し : ○ : 巻取機のスピンドルよりチーズ状パッケージを取り出すことが出来た。

× : 巻取機のスピンドルよりチーズ状パッケージを取り出すことが出来なかった。

【0079】

[0079]

【表 2】

[Table 2]

「第二表」

	繊維特性											
	極限粘度 [η]	複屈折 率	伸度 %	熱応力の ピーク値 cN/dtex	強度 cN/dtex	密度 g/cm ³	結晶性 I ₁ /I ₂	沸水 収縮率 %	160℃物性			U%
									強度 cN/dtex	伸度 %	タフネス	
実施例 1	1.21	0.056	75	0.05	2.8	1.330	1.8	10	1.5	65	12.1	0.9
実施例 2	1.29	0.060	70	0.06	3.0	1.330	1.8	11	1.6	67	13.1	1.0
実施例 3	1.20	0.052	80	0.04	3.0	1.330	1.8	8	1.5	66	12.2	0.9
実施例 4	1.20	0.048	103	0.04	2.4	1.325	1.6	8	1.3	70	10.9	0.9
比較例 1	0.85	0.045	110	0.04	2.1	1.318	0.9	55	1.0	52	7.2	0.9
比較例 2	0.83	0.041	115	0.03	2.0	1.318	0.9	53	0.9	55	6.7	1.0
比較例 4	1.24	0.045	95	0.13	2.1	1.318	0.9	60	1.2	65	9.7	2.3
比較例 5	1.18	0.025	150	0.01	1.6	1.315	0.9	54	0.7	90	6.6	1.5

【0080】

[0080]

【実施例 5、6】第三表に示した繊維を用いて、石川製作所製 FK-6 仮撚加工機にてセラミック製の加撚ディスクを 7 枚用いて、ディスク速度/糸速度の比 (D/Y 比) 2.3 にて、第三表に示した条件にて高速での延伸仮撚加工を行った。仮撚加工の際に毛羽や糸切れは見られず、本発明の範囲内の物性を有した PET 並みのけん縮形態、PTT 特有のソフトさ、弾性回復性を持った優れた仮撚加工糸を得ることができた。得られた加工糸は、織編性が非常に良好であった。また 3 ヶ月後でも物性の経時変化はほとんど見られず、延伸仮撚加工を行ったところ上記と同じ条件で同品質の仮撚加工糸を得ることができた。

[Working Example 5, 6] 7-layer using added twist disc of ceramic with Ishikawa Seisakusho make FK-6 false twisting machine making use of fiber which is shown in third chart, with the ratio (D/Y ratio) 2.3 of disc velocity / yarn speed, it did drawing false-twisting with high speed with the condition which is shown in third chart. false-twist yarn where feather and yarn break were not seen case of the false-twisting, crimp form like PET which possesses property inside range of this invention, PTT peculiar softness, had elastic recovery and are superior could be acquired. as for processed yarn which is acquired, woven compilation characteristic was very satisfactory. In addition you could not see change over time of property for most part even

after 3 months, when drawing false-twisting was done you could acquire the false-twist yarn of same quality with same condition as description above.

[0081]

【比較例６～９】第三表に示した繊維を用いて、実施例７と同様にして高速での延伸仮撚加工を行った。比較例６では、本発明のＰＴＴ－ＰＯＹを用いても仮撚温度が低すぎるために、伸縮伸長率、伸縮弾性率等が本発明より外れ、けん縮形態、弾性回復性等が劣った仮撚加工系しか得ることができなかった。比較例７、９では、本発明の範囲より外れたＰＴＴ－ＰＯＹを用いたために、糸切れが多発し、仮撚加工系を得ることができなかった。比較例８では、本発明の範囲より外れたＰＴＴ－ＰＯＹを用いた場合、仮撚加工温度を本発明の範囲より下げることにより糸切れは抑制できたものの、伸縮伸長率、伸縮弾性率等が本発明より外れ、けん縮形態、弾性回復性等が劣った仮撚加工系しか得ることができなかった。

[0082]

[表３]

[0081]

[Comparative Example 6 to 9] Drawing false-twisting with high speed was done making use of fiber which is shown in third chart, to similar to Working Example 7. With Comparative Example 6, because false twist temperature is too low making use of PTT - POY of this invention, extension and retraction elongation and extension and retraction modulus etc came off from this invention, only false-twist yarn where crimp form and elastic recovery etc are inferior could acquire. With Comparative Example 7 and 9, because PTT - POY which comes off from the range of this invention is used, yarn break could occur frequently, could not acquire false-twist yarn. With Comparative Example 8, when PTT - POY which comes off from range of the this invention is used, as for yarn break although you could control, extension and retraction elongation and extension and retraction modulus etc came off from this invention by lowering false-twisting temperature from the range of this invention, only false-twist yarn where crimp form and elastic recovery etc are inferior could acquire.

[0082]

[Table 3]

「第三表」

	加工条件				加工状態、加工糸物性				
	元糸	速度	温度	ドロ－比	仮撚加工性	伸縮伸長率	伸縮弾性率	けん縮数	強度
		m/分	℃			%	%	個/cm	
実施例 5	実施例 1	600	175	1.3	○	215	95	19	3.1
実施例 6	同上	800	180	1.3	○	200	90	14	3.1
比較例 6	同上	600	145	1.3	○	150	80	3	3.1
比較例 7	比較例 2	600	175	1.4	×	—	—	—	—
比較例 8	同上	600	165	1.4	○	145	77	3	2.4
比較例 9	比較例 5	600	175	1.8	×	—	—	—	—

仮撚加工性 : ○:毛羽、糸切れが多発しなかったことを示す。

×:毛羽、糸切れが多発し、仮撚加工糸を得ることが出来なかった。

[0083]

【発明の効果】本発明のＰＴＴ繊維は、高重合度のＰＴＴポリマーを用い、熔融繊維の急激な冷却を抑制するために特定範囲の紡口表面温度として押出し、極低張力にて巻き取る特殊な紡糸法を用いて製造した、特定の範囲内の極限粘度、配向性、伸度及び収縮性を有した、生産性の高い１段階の紡糸工程にて工業的に安定して製造できるＰＴＴ－ＰＯＹである。このため、生産性の高い高

[0083]

[Effects of the Invention] As for PTT fiber of this invention, Making use of PTT polymer of high degree of polymerization, it produced in order to control sudden cooling of dissolving fiber making use of special spinning method which is retracted with extrusion and extremely low tension as spinneret surface temperature of certain range, intrinsic viscosity inside specific range, it possessed orientation, the elongation and contractile,

速での延伸仮撚加工により、安定して高品質の仮撚加工系を得ることができる。本発明のPTT繊維を用いて製造した仮撚加工系は、ソフトな風合いと高いけん縮率、伸縮伸長率、伸縮弾性率を持った極めて優れた、ストレッチ素材として好適な仮撚加工系となる。このためいわゆるソッキや交編タイプのパンティストッキング、タイツ、ソックス（裏糸、ロゴム）、ジャージー、弾性糸のカバリング糸、交編パンティストッキング等交編品の伴糸等に有用である。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1-(イ)は、結晶性に由来するピークの観察される広角X線回折チャートである。図1-(ロ)は、結晶性に由来するピークの観察されない広角X線回折チャートである。

【図2】繊維をUSTER・TESTER3に通した際のむら曲線（繊維の質量変化）である。

【図3】本発明のPTT繊維を糸管に巻き付けたチーズ状パッケージの状態を示す略図である。図3-(イ)は、望ましいチーズ状パッケージの概略図である。図3-(ロ)は、バルジのあるチーズ状パッケージの概略図である。

【図4】本発明を実施する紡糸機の概略を示す模式図である。

【図5】本発明を実施する紡糸機の繊維を熱処理するゾーンの他の態様の概略を示す模式図である。

【符号の説明】

- 1 乾燥機
- 2 押出機
- 3 ベンド
- 4 スピンヘッド
- 5 紡口パック
- 6 紡口
- 7 加熱筒

with yarn-spinning step of single step where productivity is high stabilizing in industrially, it is a PTT-POY which it can produce. Because of this, with high speed where productivity is high stabilizing with drawing false-twisting, it can acquire false-twist yarn of high quality. false-twist yarn which is produced making use of PTT fiber of this invention, the soft texture and high crimp ratio, had extension and retraction elongation and extension and retraction modulus, quite it was superior, it becomes preferred false-twist yarn as stretch material. Because of this so-called ソッキ and panty stocking of union knit type, tights and socks (back yarn and oral rubber), it is useful in Ban yarn etc of union knit item such as covering yarn and union knit panty stocking of jersey and elastic yarn.

[Brief Explanation of the Drawing(s)]

[Figure 1] Figure 1-(jp1) is wide angle x-ray diffraction chart where peak which derives in crystallinity is observed. Figure 1-(jp2) is wide angle x-ray diffraction chart where peak which derives in crystallinity is not observed.

[Figure 2] Case where it passes through fiber to Uster * TESTER 3 it is unevenness curve (mass change of fiber).

[Figure 3] It is a sketch which shows state of cheese package which winds the PTT fiber of this invention around yarn bobbin. Figure 3-(J2) is conceptual diagram of desirable cheese package. Figure 3-(jp2) is conceptual diagram of cheese package which has bulge.

[Figure 4] It is a schematic diagram which shows outline of spinning machine which executes this invention.

[Figure 5] It is a schematic diagram which shows outline of other embodiment of zone which fiber of spinning machine which executes this invention heat treatment is done.

[Explanation of Reference Signs in Drawings]

- 1 dryer
- 2 extruder
- 3 bend
- 4 spin head
- 5 spinneret pack
- 6 spinneret
- 7 heating tube

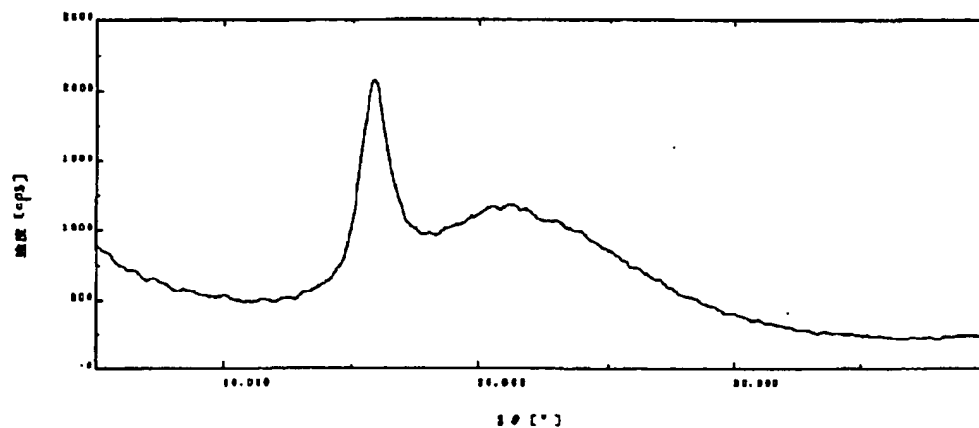
8	マルチフィラメント	8	multifilament
9	冷却風	9	cooling air
10	仕上げ剤付与装置	10	finishing agent applicator
11	第1ロール	11	1st roll
12	フリーロール	12	free roll
13	巻取機、パッケージ	Vol.13	taking machine, package
13a	スピンドル、パッケージ	13a	spindle and package
13b	タッチロール	13b	touch roll
14	紡糸チャンバー	14	yarn-spinning chamber
15	繊維を熱処理するゾーン	15	fiber thermal processing is done zone
16	第2ロール	16	2nd roll
17	第1ネルソンロール	17	1st Nelson roll
18	第2ネルソンロール	18	2nd Nelson roll
19	第1ヒーター	19	1st heater
20	第2ヒーター	20	2nd heater

【図1】

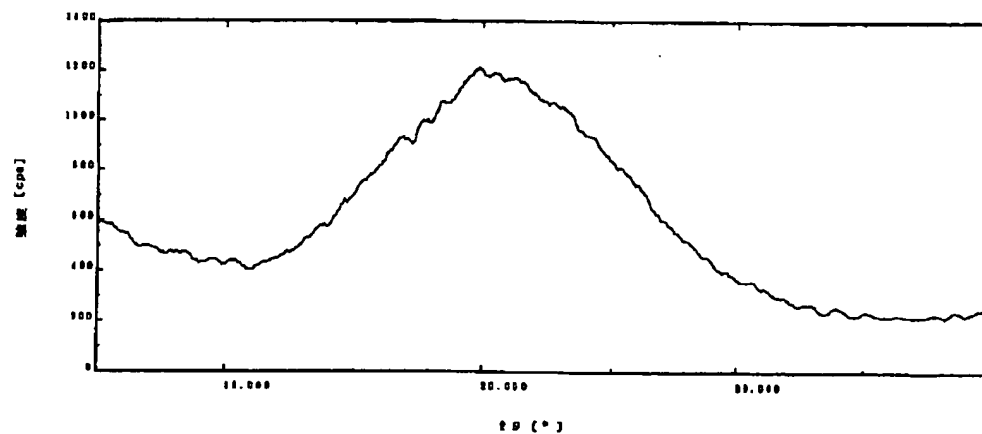
[Figure 1]

図1 繊維の広角X線回折チャート

(イ) 結晶性に由来するピークの観察される
広角X線回折チャート



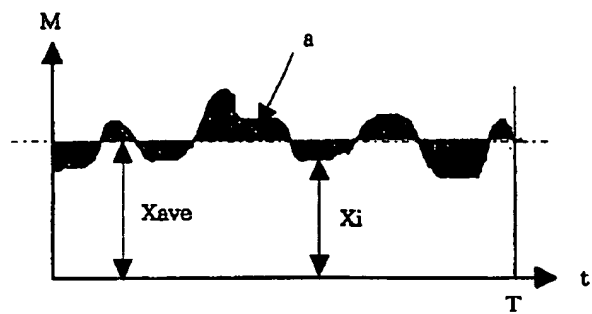
(ロ) 結晶性に由来するピークの観察されない
広角X線回折チャート



【図 2】

[Figure 2]

図2



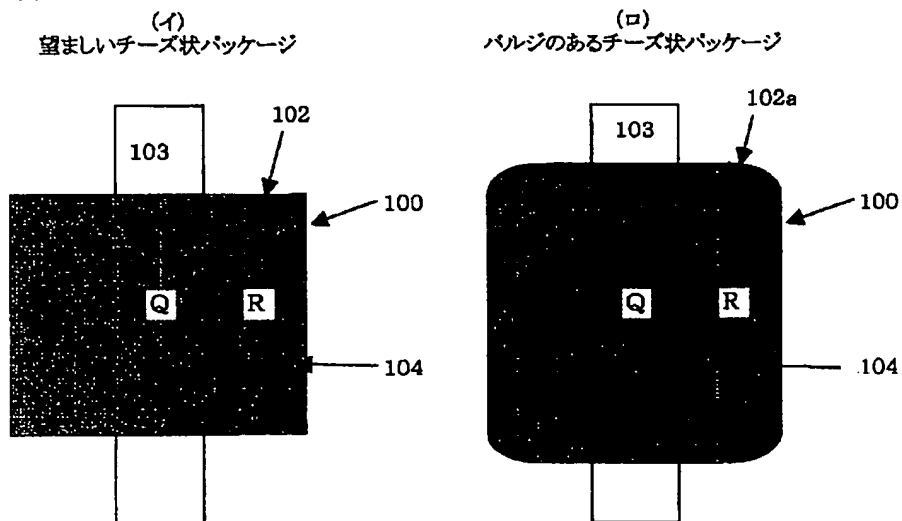
M : 質量
 t : 時間
 Xi : 質量の瞬時値
 Xave : 平均値
 T : 測定時間
 a : 瞬時値Xiと平均値Xaveとの間の面積(斜線部分)

$$U\% = a / (X_{ave} \times T) \times 100 \quad \dots \text{式(1)}$$

【図 3】

[Figure 3]

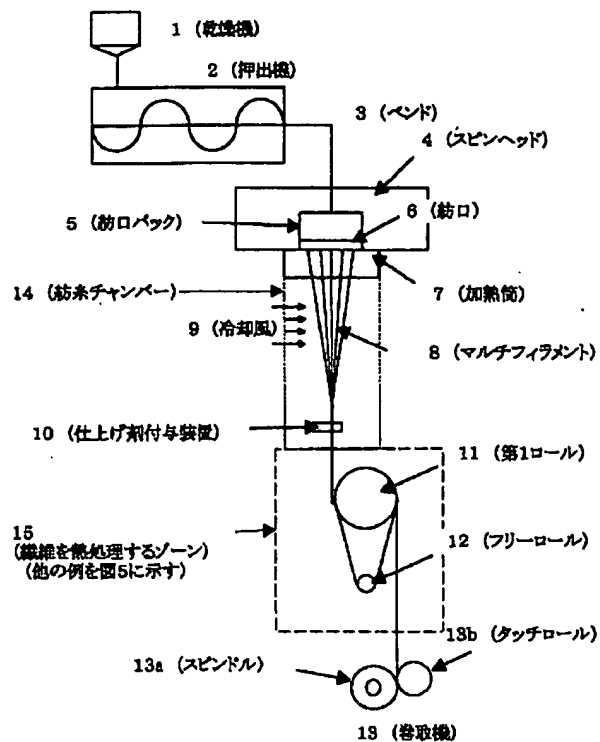
図3



【図 4】

[Figure 4]

図4



【図5】

[Figure 5]

図5 繊維を加熱するゾーンの概略図

